Mario Lindner

Aufbau eines computergestützten Messplatzes zur Kennwertbestimmung von pO_2-Sensoren zur Anwendung in der Vitalmikroskopie

DIPLOMARBEIT

HOCHSCHULE MITTWEIDA (FH)

UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Fachbereich: Mathematik / Physik / Informatik

Mittweida, 2009

Mario Lindner

Aufbau eines computergestützten Messplatzes zur Kennwertbestimmung von pO_2-Sensoren zur Anwendung in der Vitalmikroskopie

eingereicht als

DIPLOMARBEIT

an der

HOCHSCHULE MITTWEIDA

UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Fachbereich: Mathematik / Physik / Informatik

Dresden, 2009

Erstprüfer: Prof. Dr. Ralf Hinderer
Zweitprüfer: Dr. med. Matthias Thümmler

vorgelegte Arbeit wurde verteidigt am: 08.07.2009

Bibliographische Beschreibung:

Lindner, Mario:
Aufbau eines computergestützten Messplatzes zur Kennwertbestimmung von pO_2-Sensoren zur Anwendung in der Vitalmikroskopie. - 2009. – 86 S.

Referat:

In der Vitalmikroskopie werden Sauerstoffsensoren genutzt, um Zellen mikroskopieren zu können und Umgebungsparameter, wie z.B. den Sauerstoffgehalt, überwachen zu können. Ziel der Arbeit ist die Entwicklung eines automatisierten Messplatzes zur Bestimmung anwenderspezifischer Kennwerte solcher Sensoren. Dazu muss einerseits ein reproduzierbares Messregimes gewährleistet sein und andererseits muss eine Software entwickelt werden um den Messplatz zu steuern.

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis

Tabellenverzeichnis

1. Einleitung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der automatisierten Kennwertbestimmung von pO_2-Sensoren. Dieses Thema ist im Forschungsschwerpunkt zur Erarbeitung neuer Messverfahren in der Vitalmikroskopie angesiedelt.

Das live cell imaging hat die Untersuchung lebender Zellen bzw. Zellverbände im Rahmen der hochauflösenden Mikroskopie zum Gegenstand. Der Zellstoffwechsel kann im Gegensatz zu einer abgestorbenen Zelle untersucht werden. Um z.B. die Wirkung verschiedener Pharmazeutika auf den Metabolismus der Zelle zu erforschen, ist es notwendig die Zelle möglichst konstanten Umgebungsbedingungen auszusetzen, um eine Wechselwirkung zwischen einer Änderung des Zellmilieus und den Stoffwechselvorgängen auszuschließen. Bei den Umgebungsparametern kann es sich einerseits um physikalische Größen wie z.B. die Temperatur handeln, andererseits können auch chemische Größen, wie Konzentrationsunterschiede von Gas- oder Flüssigkeitskomponenten, wie z.B. der Sauerstoff- oder Kohlendioxidgehalt oder aber der pH-Wert, eine Reaktion der Zelle hervorrufen [1]. In dieser Arbeit werden Sensoren zur Messung des Sauerstoffpartialdruckes näher beleuchtet. Das Ziel der Arbeit liegt darin, einen automatisierten Messplatz zu entwickeln, der eine Aussage über die Funktionstüchtigkeit der Sensoren erlaubt. Zu diesem Zeck werden für den Anwender relevante Sensorkennwerte bestimmt. Der Vorteil der Automatisierung des Messplatzes liegt darin, dass der Untersucher nicht die ganze Messdauer am Messplatz verweilen muss. Sobald zu Beginn einige Eingaben getätigt wurden und die Messlösungen vorbereitet sind, kann sich der Untersucher entfernen und anderen Aufgaben nachgehen.

Um einen automatisierten Messplatz zu realisieren müssen mehrere Teilaufgaben bzw. Komponenten umgesetzt werden. Zuerst muss eine Auswahl und Definition der zu bestimmenden Sensorkennwerte erfolgen. Weiterhin muss das Messsignal der zu untersuchenden Sensoren gemessen und weiterverarbeitet werden, um für den Untersucher aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten. Für diesen Zweck muss eine Datenerfassungseinrichtung und die entsprechende Software zur Kennwert-berechnung aus dem Sensorsignal entwickelt werden. Damit vergleichbare und reproduzierbare Messergebnisse erzielt werden ist es außerdem von Notwendigkeit

für möglichst konstante Messbedingungen und ein reproduzierbares Messregime zu sorgen. Aus diesem Grund ist eine Temperaturstelleinrichtung erforderlich, um die Messlösungen einer konstanten Temperatur auszusetzen. In engem Zusammenhang damit steht auch die Verwirklichung einer Temperaturmesseinrichtung. Neben der Temperatur sind für den Messplatz zur Kennwertebestimmung von pO_2-Sensoren noch andere Umgebungsparameter wie zum Beispiel der momentane Luftdruck und der Sauerstoffgehalt der Luft von Bedeutung. Beide Parameter sind notwendig um den Sauerstoffpartialdruck der Luft zu ermitteln. Eine entsprechende Messeinrichtung muss demzufolge ebenfalls im Messplatz integriert sein. Ferner sollte die Positionierung der Sensoren in den einzelnen Messlösungen automatisch erfolgen. Aus diesem Grund wird eine Halterung und ein Positionierungssystem besehend aus Schrittmotoren benötigt. Je nachdem an welcher Stelle sich die einzelnen Messlösungen befinden soll eine zielgenaue Positionierung der Sensoren realisiert werden. Weiterhin muss die entsprechende Software entwickelt werden um ein problemloses Zusammenspiel aller Hardwarekomponenten zu gewährleisten und definierte Messregimes für die Berechnung der Sensorkennwerte zu realisieren und eine benutzerfreundliche Bedienung des Messplatzes zu verwirklichen.

2. Grundlagen

2.1 Messung des Sauerstoffgehaltes in Flüssigkeiten und Gasen

In den weiteren Ausführungen wird die Luft als ein ideales Gas betrachtet. Dabei handelt es sich um ein Modell, bei dem die Gasteilchen als ausdehnungslose Massepunkte betrachtet werden, die außer den elastischen Stößen untereinander und mit der Gefäßwand, keinen weiteren Wechselwirkungen unterliegen.

Die Löslichkeit eines Gases in Wasser ist ein rein physikalischer Vorgang und stark temperaturabhängig. Mit zunehmender Temperatur löst sich weniger Gas. Außerdem ist die Löslichkeit stark vom Salzgehalt des Wassers abhängig. In Salzwasser kann weniger Gas gelöst werden als in Süßwasser.

Die Löslichkeit eines Gases ist außerdem druckabhängig, wie in Gleichung 2.1, dem Henry-Dalton-Gesetz, zu sehen. Handelt es sich um ein Gasgemisch, ergibt sich der Gesamtdruck aus der Summe der einzelnen Partialdrücke der einzelnen Komponenten des Gases. Der Gaspartialdruck über einer Lösung und die Gaskonzentration in der Lösung, sind direkt proportional zueinander. Der Proportionalitätsfaktor ist die Henry-Konstante K_H.

Allgemein gilt: $K_H = \frac{c_{Gas}}{p_{Gas}}$ (2.1)

K_H = Henry-Konstante

p_{Gas} = Partialdruck des Gases

c_{Gas} = Konzentration des Gases in der Lösung

Für Sauerstoff gilt: $K_H = \frac{c_{O_2}}{p_{O_2}}$ (2.2)

$p_{O_2} =$ Sauerstoffpartialdruck

$c_{O_2} =$ Sauerstoffkonzentration in der Lösung

Die Henry-Konstante ist temperaturabhängig und berechnet sich für Sauerstoff wie folgt:

$$K_H = K_0 \cdot e^{c(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0})} \tag{2.3}$$

$K_0 =$ Henry-Konstante (für Sauerstoff $K_0 = 1{,}3 \cdot 10^{-3} \frac{mol}{l \cdot atm}$ bei $T_0 = 298\,K$)

$K_H =$ Henry-Konstante bei Temperatur T

$c =$ Konstante (für Sauerstoff gilt $c = 1700\,K$)

$T =$ Momentane Temperatur der Lösung in Kelvin

Wie in Gleichung 2.3 zu sehen ist, weicht die Henry Konstante erst bei hohen Temperaturdifferenzen stark vom Normwert ab.

Die Konzentration von Sauerstoff in einer Messlösung ist abhängig vom Sauerstoffpartialdruck über der Lösung (Gleichung 2.2). Aus diesem Grund ist es notwendig den Sauerstoffgehalt der Luft und den Luftdruck zu messen um daraus den Sauerstoffpartialdruck zu ermitteln. Außerdem muss der Wasserdampfdruck in Form eines Korrekturfaktors in die Rechnung mit einbezogen werden. An der Grenzfläche Wasser/Luft stellt sich ein Gleichgewicht zwischen den Teilchen in der gasförmigen und der flüssigen Phase ein. Der Druck der Gasphase wird „Dampfdruck“ genannt. Der Dampfdruck des Wassers mindert den Luftdruck und ist temperaturabhängig. Mit zunehmender Temperatur steigt auch der Wasserdampfdruck.

$$p_{O_2} = \frac{p_{Luft}}{100\%} \cdot \beta_{O_2} \cdot F \tag{2.4}$$

wobei gilt:

$$F = \frac{p_{Luft} - p_{Dampf}(T)}{p_{Luft}} \tag{2.5}$$

F = Korrekturfaktor

p_{Luft} = Gesamtluftdruck in mbar

$p_{Dampf}(T)$ = Dampfdruck des Wassers

β_{O_2} = Sauerstoffgehalt der Luft in %

p_{O_2} = Sauerstoffpartialdruck in mbar

2.2 Arten von Sensoren zur Messung des Sauertoffgehaltes

Zur Messung des Sauerstoffgehaltes kommen verschiedenste Sensortypen zum Einsatz. Einerseits nutzen Sensoren magnetische oder optische Eigenschaften des Sauerstoffs bzw. dessen Verbindungen aus, andererseits arbeiten Sensoren mit sauerstoffpermeablen Membranen. Einige wichtige Vertreter, die in der Biologie und Medizin zum Einsatz kommen, werden im Folgenden näher erläutert. Verstärkt soll dabei der amperometrische Sauerstoffsensor betrachtet werden, da dieser in der Vitalmikroskopie zum Einsatz kommt.

2.2.1 Amperometrischer Sauerstoffsensor

Der amperometrische Sensor mit membranbedeckten Arbeitselektroden, auch Clark-Sensor genannt, besteht meist aus einer Platinkathode (Arbeitselektrode) und einer Silberanode (Referenzelektrode), die über eine Elektrolytlösung (z.B. KCl) in Verbindung stehen (Abb. 2.1). Es finden folgende Elektrodenreaktionen statt:

An der Kathode (Arbeitselektrode) wird Sauerstoff mit Hilfe von Elektronen reduziert:

Kathode: $O_2 + 2H_2O + 4e^- \leftrightarrow 4OH^-$

An der Anode (Referenzelektrode) wird Silber oxidiert und es entsteht Silberchlorid:

Anode: $4Ag^+ + 4Cl^- \leftrightarrow 4AgCl + 4e^-$

Der somit an der Kathode auftretende Elektronenmangel und der an der Anode vorhandene Elektronenüberschuss, begründen den Stromfluss.

Der Sensor besitzt eine sauerstoffpermeable Polymermembran (meist PTFE), durch die das Elektrodensystem und die Messlösung getrennt sind. Der Konzentrationsunterschied des Sauerstoffgehaltes im Sensorinneren und der Messlösung führen zur Diffusion von Sauerstoff in die Messkammer.

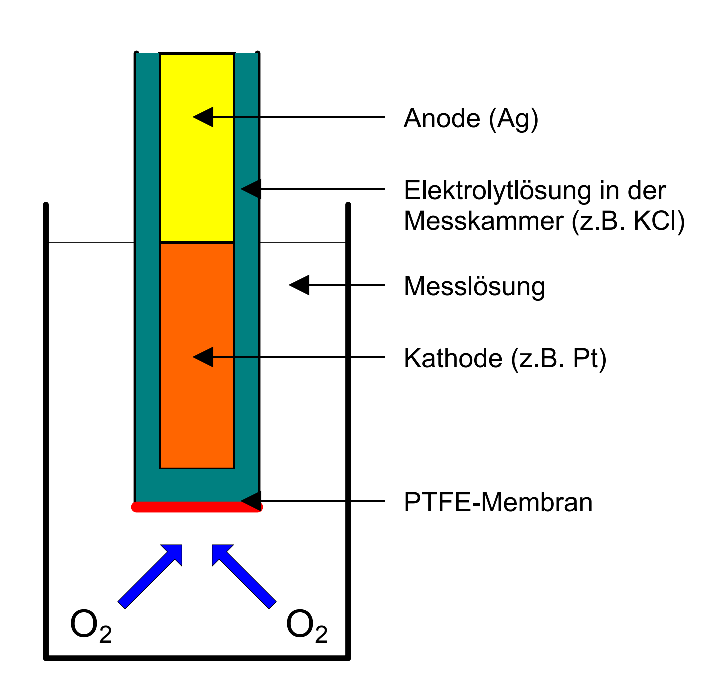


Abb. 2.1: Schematische Darstellung eines Clark-Sauerstoffsensors mit PTFE-Membran

In Abbildung 2.2 ist der prinzipielle Stromverlauf in Abhängigkeit von der an die Arbeitselektrode angelegten Polarisationsspannung U_{pol}, dargestellt. Wie in der Skizze zu sehen, fließt bei einer geringen Polarisationsspannung nahezu kein Strom. Wird U_{pol} nun erhöht, besitzen die Elektronen genug Energie, um die Durchtrittsarbeit an der Energiebarriere Elektrode/Lösung aufzubringen und zum Stromfluss beizutragen. Dieser Bereich wird auch als Durchtrittsbereich bezeichnet.

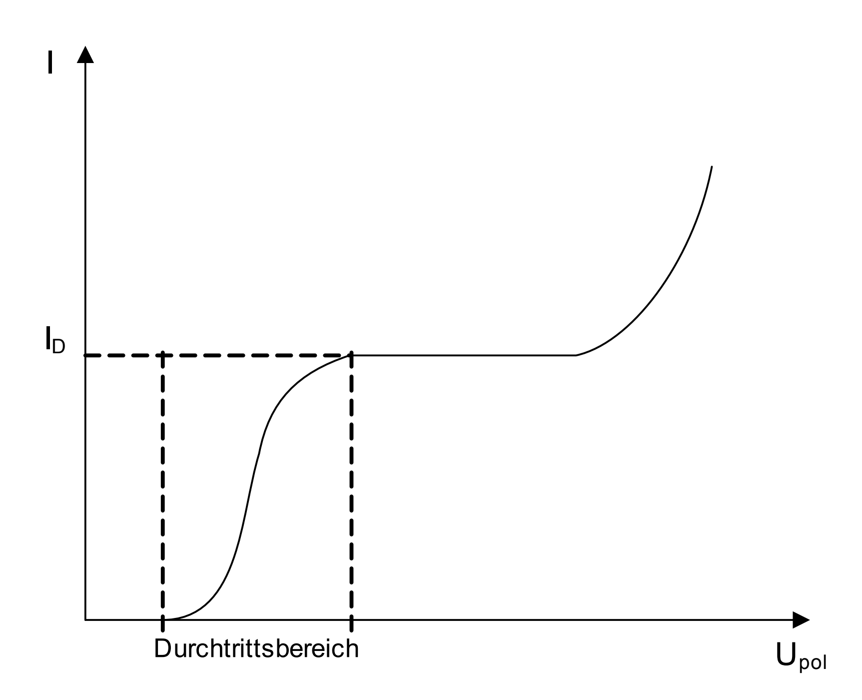


Abb. 2.2: Prinzipieller Stromverlauf in Abhängigkeit von der zwischen Arbeits- und Referenzelektrode angelegten Polarisationsspannung U_{pol}. I_D kennzeichnet dabei den Diffusionsgrenzstrom.

Bei weiterer Erhöhung der Polarisationsspannung strebt der Strom einem festen Wert entgegen, der als Diffusionsgrenzstrom I_D bezeichnet wird. In diesem Fall ist nicht die Durchtrittsarbeit entscheidend, sondern der Stofftransport durch die Diffusion. In der Praxis wird eine Polarisationsspannung im Bereich des Diffusionsgrenzstroms angelegt, wobei jedes an die Elektrodenoberfläche gelangende Sauerstoffmolekül umgesetzt wird. Der erneute Stromanstieg bei weiter steigender Polarisationsspannung ist auf die elektrolytische Zersetzung des Elektrolyten zurückzuführen. Der Diffusionsgrenzstrom ist abhängig vom Sauerstoffumsatz an der Arbeitselektrode und somit von der Sauerstoffkonzentration und berechnet sich wie folgt:

$$I_D = \frac{A \cdot z \cdot D}{\delta} \cdot c_{O_2} \qquad (2.6)$$

A = Oberfläche der Arbeitselektrode

z = Anzahl der an der Elektrodenreaktion beteiligten Elektronen

D = Diffusionskoeffizient von Sauerstoff in der Messlösung

c_{O_2} = Sauerstoffkonzentration

δ = Dicke der Diffusionsgrenzschicht an Grenzfläche Elektrode/innerer Elektrolyt

Aus dieser Gleichung ergibt sich folgende Maßeinheit:

$$I_D = [\frac{m^2 \cdot \frac{m^2}{s} \cdot \frac{mol}{l}}{m} = \frac{mol}{s}]$$

Der Diffusionsgrenzstrom I_D berechnet sich aus der umgesetzten Stoffmenge an Sauerstoff pro Zeiteinheit. Aus der Stoffmenge n_{O_2} erhält man die Ladung Q (Gleichung 2.8 und 2.9). Diese setzt sich aus allen an der Reaktion beteiligten Elektronen zusammen. Deshalb ergibt sie sich aus dem Produkt der an der jeweiligen Elektrodenreaktion beteiligten Elektronen, der Anzahl der Sauerstoffmoleküle und der Elementarladung.

Für die Stromstärke allgemein gilt:

$I = \frac{dQ}{dt}$, bei linearem Zusammenhang gilt: $I = \frac{Q}{t}$ (2.7)

$$Q = e \cdot z \cdot n_{O_2} \cdot N_A \tag{2.8}$$

$$n_{O_2} = \frac{Q}{e \cdot z \cdot N_A} \tag{2.9}$$

$e = 1{,}602716 \cdot 10^{-19}\,C$ = elektrische Elementarladung

$N_A = 6{,}0221367 \cdot 10^{23}\,mol^{-1} =$ Avogadro-Konstante

$n_{O_2} =$ Stoffmenge Sauerstoff ($[n_{O_2}] = mol$)

Der Diffusionsgrenzstrom I_D ist temperaturabhängig, da auch der Diffusionskoeffizient D temperaturabhängig ist. Bei einer Temperaturerhöhung weiten sich die Poren der PTFE-Membran und die Molekülbeweglichkeit von Sauerstoff erhöht sich. Deshalb erhöht sich auch die Diffusionsgeschwindigkeit der Sauerstoffmoleküle. Typische Werte liegen bei ca. 2-7 $\%/K$ Änderung des Diffusionskoeffizienten [1]. Bei Sensoren mit membranbedeckten Arbeitselektroden

ist die Diffusion durch die Membran der geschwindigkeitsbestimmende Teil der Elektrodenreaktion. Der Diffusionskoeffizient ist zwar auch abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit des äußeren Messmediums, dies kann aber vernachlässigt werden, da sich das Messmedium im vorliegenden Fall in Ruhe befindet.

Wie in Gleichung 2.6 zu sehen, ist der Diffusionsgrenzstrom linear der Sauerstoffkonzentration in der Messlösung.

Mit zunehmender Messzeit verarmt der Elektrolyt an Halogenidionen und muss deshalb nach einer gewissen Zeit ausgetauscht werden. An der Silberelektrode wächst eine Silberchloridschicht auf. Demzufolge muss die Anode regelmäßig gesäubert bzw. ausgetauscht werden. Aufgrund von verstopften Poren oder Verunreinigungen der Polymermembran wird der Diffusionskoeffizient stets kleiner sein als theoretisch möglich.

2.2.2 Paramagnetischer Sauerstoffsensor

Grundlage des Wirkprinzips der paramagnetischen Sauerstoffmessung ist die starke magnetische Suszeptibilität von gasförmigem Sauerstoff. Diese ist ein Maß für die Magnetisierbarkeit eines Stoffes. Bei den Elektronenbahnen eines O_2-Atoms handelt es sich um magnetische Dipole, da die Elektronen einen Drehimpuls und demzufolge ein magnetisches Moment besitzen. Weiterhin besitzen die Elektronen unabhängig von ihrer Bahn einen Eigendrehimpuls – Spin genannt - der aufgrund ihrer Ladung mit einem magnetischen Moment verbunden ist und mit dem Bahndrehmoment in Wechselwirkung tritt. In einem äußeren Magnetfeld verhält sich das Bahnmoment diamagnetisch, d.h. es richtet sich entgegengesetzt dem äußeren Magnetfeld aus und schwächt es damit ab. Das Spinmoment zeigt ein paramagnetisches Verhalten und verstärkt somit das äußere Magnetfeld. Beim Sauerstoffmolekül überwiegt das paramagnetische Verhalten.

In Messgeräten zur paramagnetischen Sauerstoffmessung erzeugen Dauermagneten ein starkes Magnetfeld. In diesem Magnetfeld ist eine Hantel aus stickstoffgefüllten Kugeln rotationssymmetrisch gelagert. Stickstoff zeigt im

Gegensatz zu Sauerstoff in einem äußeren Magnetfeld ein diamagnetisches Verhalten. Strömt nun Sauerstoff in die Messkammer wird das Magnetfeld verstärkt und der Stickstoff wird herausgedrängt, deshalb beginnt die Hantel sich zu drehen, wobei die Umdrehungsgeschwindigkeit ein Maß für den Sauerstoffgehalt in dem Messmedium ist. Hauptanwendungsgebiete dieser Methode sind die Messung von Sauerstoff in Klär- oder Deponiegasen.

2.2.3 Optischer Sauerstoffsensor

Um die Sauerstoffkonzentration in einer Lösung zu bestimmen, können auch optische Sauerstoffsensoren zum Einsatz kommen. Diese beruhen auf dem Prinzip der Fluoreszenzlöschung. Dabei reagieren so genannte lumineszente Sonden (Indikatoren) auf die Anwesenheit von Sauerstoff und ändern unter Lichteinfall ihre Absorptions- oder Lumineszenzeigenschaften. Aus der Änderung des Spektrums kann eine Aussage über die Sauerstoffkonzentration der Lösung getroffen werden. Solche Sensoren werden unter anderem in der Medizin eingesetzt, um die Sauerstoffsättigung des Blutes zu ermitteln. Dabei dient Hämoglobin als Indikator. Außerdem werden diese Sensoren in der Lebensmittelindustrie eingesetzt, wobei zum Beispiel Rubidium-Komplexe als Indikatoren verwendet werden.

2.3 Sensorkennwerte

Zur Charakterisierung von Sensoren gibt es eine Vielzahl verschiedener Kennwerte. Diese lassen sich grob in anwenderspezifische und herstellerspezifische Sensorkennwerte unterteilen. Da im vorliegenden Fall für die Vitalmikroskopie für die Messung der Sauerstoffkonzentration vorzugsweise amperometrische Sensoren zum Einsatz kommen, beziehen sich die folgenden Ausführungen ausschließlich auf diese Sensoren. Für den Hersteller von amperometrischen Sensoren sind sicherlich eher konstruktive Gegebenheiten des Sensors von Interesse, so z.B. das Kathodenmaterial oder die Wegstrecke zwischen Membran und den Elektroden. Für den Anwender von Sensoren sind andere Kennwerte interessant. Im Folgenden werden anwendungsorientierte Kennwerte für die Sauerstoffsensoren definiert, welche an dem zu erarbeitenden Messplatz bestimmt werden sollen.

2.3.1 Übertragungsfaktor

Ein wichtiger Sensorkennwert ist der Übertragungsfaktor. Dieser gibt die Beziehung zwischen dem Ausgangssignal und dem Eingangssignal des Sensors an. Der Übertragungsfaktor wird bei konstanter Temperatur gemessen, welche bei der Ergebnisdarstellung mit angegeben werden muss. Da ein linearer Zusammenhang zwischen Sensorausgangsstrom und Sauerstoffpartialdruck besteht, berechnet sich der Übertragungsfaktor nach folgender Formel:

$$B_{I_D,p} = \frac{I_D(p_{O2,Lösung2}) - I_D(p_{O2,Lösung1})}{p_{O2,Lösung2} - p_{O2,Lösung1}} \qquad (2.10)$$

oder

$$B_{I_D,c} = \frac{I_D(c_{O2,Lösung2}) - I_D(c_{O2,Lösung1})}{c_{O2,Lösung2} - c_{O2,Lösung1}} \qquad (2.11)$$

$I_D(p_{O2,Lösung1})$ – Sensorausgangsstrom in Lösung 1

$I_D(p_{O2,Lösung2})$ – Sensorausgangsstrom in Lösung 2

$p_{O2,Lösung1}$ – Sauerstoffpartialdruck über Lösung 1

$p_{O2,Lösung2}$ – Sauerstoffpartialdruck über Lösung 2

$c_{O2,Lösung1}$ – Sauerstoffkonzentration in Lösung 1

$c_{O2,Lösung2}$ – Sauerstoffkonzentration in Lösung 2

Der Übertragungsfaktor $B_{I_D,c}$ entspricht der Konstanten $\frac{A \cdot z \cdot D}{\delta}$ in Gleichung 2.6. Das heißt, der Übertragungsfaktor ist der Proportionalitätsfaktor zwischen der Sauerstoffkonzentration c_{O_2} in der Lösung und dem Diffusionsgrenzstrom I_D.

Gemäß Gleichung 2.10 und 2.11 ergeben sich für den Übertragungsfaktor folgende Einheiten:

$$[B_{I_D,p}] = \frac{pA}{kPa} \text{ , } [B_{I_D,c}] = \frac{pA}{mol/l}$$

Wie den Gleichungen 2.10 und 2.11 zu entnehmen ist, benötigt man für die Bestimmung des Übertragungsfaktors zwei Messlösungen mit einer unterschiedlichen, bekannten Sauerstoffkonzentration. Der zugehörige Sensorausgangsstrom wird gemessen und somit kann der Übertragungsfaktor berechnet werden.

2.3.2 Driftkoeffizient

Der Driftkoeffizient ist ein Fehlerkennwert und beschreibt die zeitliche Änderung des Ausgangssignals bei konstantem Eingangssignal. Idealerweise dürfte sich das Ausgangssignal mit der Zeit nicht ändern. In der Praxis ist allerdings eine Änderung feststellbar die als Drift bezeichnet wird.

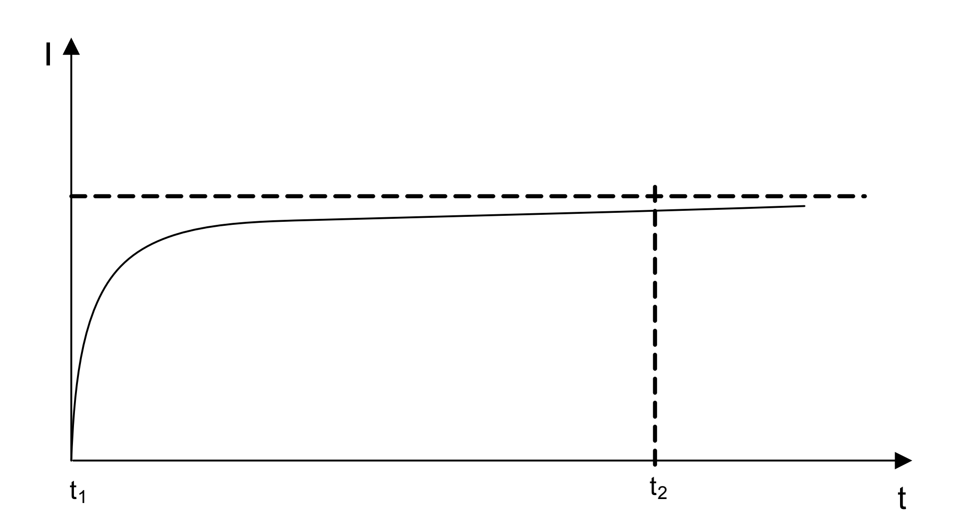


Abb. 2.3: Prinzipielles zeitliches Verhalten des Diffusionsgrenzstroms bei konstantem Eingangssignal

Der genaue Zusammenhang, bzw. Kurvenverlauf des Sensorausgangsstroms über der Zeit ist unbekannt. Da sich der Diffusionsgrenzstrom erwartungsgemäß mit der

Zeit asymptotisch einem Wert nähert (Abb. 2.3), ist die Bestimmung des Driftkoeffizienten $D_{I_D,t}$ entsprechend der folgenden Formel sinnvoll:

$$D_{I_D,t} = \frac{I_D(t_2) - I_D(t_1)}{t_2 - t_1} \qquad (2.12)$$

Daraus ergeben sich folgende Einheiten:

$$[D_{I_D,t}] = \frac{pA}{h}$$

Wenn der Übertragungsfaktor bekannt ist, kann der Driftkoeffizient auch in Einheiten der Messgröße angegeben werden:

$$[D_{I_D,t}] = \frac{kPa}{h} \text{ , } [D_{I_D,t}] = \frac{mol/l}{h}$$

Die Driftzeit (t_2 - t_1) sollte bei der Messung des Kennwertes nicht zu klein gewählt werden, da die Drift bei kleinen Driftzeiten sehr groß ist. Würde man den Wert dann auf eine Stunde hochrechnen wäre der Driftkoeffizient sehr groß, was nicht der Realität entspricht. Aus diesem Grund wird bei diesem Messplatz standardmäßig eine Driftzeit von 1800 s angesetzt.

Ein Grund für das Driften des Signals liegt in der Verstopfung der Poren der PTFE-Membran und somit einer Behinderung der O_2-Diffusion in die Messkammer. Außerdem kann es passieren, dass sich Reaktionsprodukte an den Elektroden anlagern, da sie nicht schnell genug wegdiffundieren. Dies kann zu einer Beeinträchtigung der jeweiligen Elektrodenreaktion führen. Somit ist es möglich, dass der Driftkoeffizient sowohl vom Messmedium als auch von der Temperatur abhängig ist. Aus diesem Grunde müssen diese Daten bei der Ergebnisausgabe mit ausgewiesen werden.

2.3.3 Temperaturkoeffizient

Der Temperaturkoeffizient ist ein wichtiger Fehlerkennwert und gibt an, wie stark sich der Sensorausgangsstrom bei einer Temperaturänderung erhöht oder verringert. Da die Sensoren in der Vitalmikroskopie Temperaturen zwischen Zimmertemperatur und ca. 37 °C ausgesetzt sind, ist es auch sinnvoll, die Temperaturkoeffizienten in diesem Temperaturbereich zu bestimmen.

Es wird entweder der Strom in der Nulllösung (Nullstrom) bei zwei verschiedenen Temperaturen gemessen oder es wird der Übertragungsfaktor herangezogen.

Somit ergeben sich zwei Temperaturkoeffizienten:

a) Temperaturkoeffizient α_N des Nullpunktes:

$$\alpha_N = \frac{I_{D_0}(\vartheta_2) - I_{D_0}(\vartheta_1)}{\vartheta_2 - \vartheta_1} \tag{2.13}$$

$I_{D_0}(\vartheta_1)$ = Strom in der Nulllösung bei Temperatur 1

$I_{D_0}(\vartheta_2)$ = Strom in der Nulllösung bei Temperatur 2

Daraus ergibt sich folgende Maßeinheit:

$$[\alpha_N] = \frac{pA}{K}$$

Wenn der Übertragungsfaktor bekannt ist, kann der Driftkoeffizient auch in Einheiten der Messgröße angegeben werden:

$$[\alpha_N] = \frac{kPa}{K}, \ [\alpha_N] = \frac{\frac{mol}{l}}{K}$$

Es handelt sich um einen additiven Fehler, der im Strom-Konzentrations-Diagramm (Abb. 2.4) den Anfangspunkt des Graphen festlegt. Idealerweise müsste der Nullstrom den Wert 0 besitzen und der Graph im Koordinatenursprung beginnen. In der Praxis wird in der Nulllösung allerdings stets ein von 0 verschiedener Strom gemessen. Der Grund dafür ist die thermische Bewegung der Leitungselektronen im Elektrodenmaterial. Je höher die Temperatur ist, umso größer ist auch die Wahrscheinlichkeit, dass ein Elektron durch seine Bewegungsenergie die Bindungsenergie zum Atom überwindet und damit als freier Ladungsträger zur Verfügung steht. Diese freien Ladungsträger können dann den Nullstrom tragen, wenn sie durch äußere Einflüsse, z.B. ein elektrisches Feld, in einen gerichteten Fluss gebracht werden. Der Nullstrom ist demzufolge temperaturabhängig. Je größer die Temperatur ist, umso größer wird der gemessene Nullstrom sein. Weiterhin können durch die sauerstoffpermeable Membran in geringem Maße auch andere negativ geladene Ionen in die Messkammer diffundieren und an der Kathode umgesetzt werden. Die dabei frei werdenden Elektronen können ebenfalls zum Nullstrom beitragen.

b) Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors

$$\alpha_B = \frac{B_{I_D,c}(\vartheta_2) - B_{I_D,c}(\vartheta_1)}{\vartheta_2 - \vartheta_1} \tag{2.14}$$

Daraus ergibt sich folgende Maßeinheit:

$$[\alpha_B] = \frac{pA}{kPa \cdot K}$$

Bei dem Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors handelt es sich um einen multiplikativen Fehler. Wie in Punkt 2.3.1 bereits erläutert stellt der Übertragungsfaktor den Proportionalitätsfaktor zwischen Diffusionsgrenzstrom und der Sauerstoffkonzentration in der Lösung dar. Der Übertragungsfaktor ist ein Maß für den Anstieg der Graphen in Abbildung 2.4. Ändert sich die Temperatur so ändert sich einerseits der Nullstrom, wodurch der Graph in y-Richtung verschoben wird

(gestrichelte Linie). Zusätzlich ändert sich der Übertragungsfaktor und somit auch der Anstieg des Graphen.

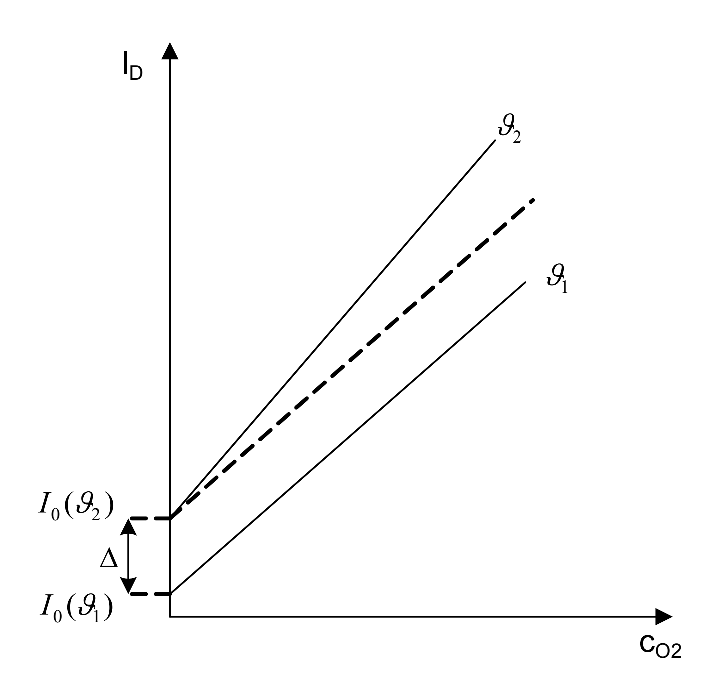


Abb. 2.4: Diffusionsgrenzstrom-Sauerstoffkonzentration-Diagramm bei zwei verschiedenen Temperaturen (ϑ_1, ϑ_2)

2.4 Seebeck-Effekt

Für möglichst exakte Temperaturmessungen in Lösungen und somit konstante Umgebungsbedingungen für verschiedene Messaufgaben, bieten sich Thermoelemente an. Um die Thermospannung messen zu können, benötigt man zusätzlich noch ein Spannungsmessgerät.

Das Funktionsprinzip eines Thermoelements beruht auf dem thermoelektrischen Effekt (Seebeck-Effekt). Berühren sich zwei verschiedene metallische Leiter bzw. Metalllegierungen diffundieren Ladungsträger (Elektronen) von einem Metall in das andere und es entsteht eine Kontaktspannung. Durch die unterschiedlichen Diffusionsraten entsteht eine Ladungsträgerverschiebung. Um eine absolute Temperatur zu messen muss das andere Ende der Leiter auf einer konstanten Temperatur gehalten werden (Vergleichsstelle). Nur wenn ein Temperaturgradient zwischen Vergleichs- und Messstelle vorhanden ist, kann auch eine Thermospannung gemessen werden. Die Thermospannung berechnet sich näherungsweise wie folgt:

$$\Delta U \approx \Delta\varepsilon \cdot \Delta T \qquad (2.15)$$

wobei

$$\Delta T = T_{Messstelle} - T_{Vergleichsstelle} \qquad (2.16)$$

und

$$\Delta\varepsilon = \varepsilon(Metall\ 1) - \varepsilon(Metall\ 2) \qquad (2.17)$$

ΔU = Thermospannung in V

$\Delta\varepsilon$ = Differenz der Seebeck-Koeffizienten beider Metalle in V/K

ΔT = Temperaturdifferenz zwischen der Messstelle und Vergleichsstelle in K

Die Temperaturdifferenz und die Thermospannung verhalten sich bei kleinen Temperaturdifferenzen nahezu direkt proportional, da sich der Seebeck-Koeffizient nur bei großen Temperaturdifferenzen merklich ändert.

2.5 Sensormessplatz

Bei dem zu erarbeitenden Messplatz handelt es sich um eine Einrichtung deren Zweck es ist, einige für den Anwender der Sensoren wichtige Kennwerte zu bestimmen. Zu den Hauptaufgaben des Messplatzes zählt die Realisierung entsprechender Messregimes. Eine wichtige Aufgabe besteht darin, die Umgebungsbedingungen der Messung möglichst konstant zu halten um eine gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten und eine genaue Wertung der ermittelten Kennwerte vornehmen zu können. Beispiele dafür sind die Temperatur der Messmedien und die Messzeiten. Der Messplatz muss außerdem in der Lage sein den Sensorausgangsstrom zu erfassen und daraus die Kennwerte zu berechnen. Eine möglichst exakte und automatische Positionierung der Sensoren in der Messlösung ist ebenfalls unerlässlich. Um dies realisieren zu können, müssen folgende Hauptkomponenten im Messplatz enthalten sein:

- Temperiereinrchtung
- Temperaturmesseinrichtung
- Pumpe zur Erzeugung einer definierten Sauerstoffkonzentration
- Gerät zur Messung des Sauerstoffgehaltes der Luft
- Sensorpositionierungssystem
- Datenerfassungskarte
- Sauerstoffsensor
- Messplatzsteuerung

3. Materialien und Methoden

3.1 Hardware

3.1.1 Temperiereinrichtung

Um eine bekannte Temperatur in den Messlösungen zu erzeugen kommt das Thermostat 5352 mit Thermoblock der *Fa. Eppendorf (D)* zum Einsatz. Da für die Messungen zwei verschiedene Temperaturen vorgesehen sind, muss das Thermostat in der Lage sein zu heizen und andererseits zu kühlen. Der Kühlvorgang findet zwar auch statt, wenn das Thermostat einfach ausgeschaltet wird und man es bei Zimmertemperatur eine Zeit lang abkühlen lässt, allerdings dauert dieser Vorgang zu lange und dies würde den Messablauf unnötig verzögern. Aus diesem Grund ist es wichtig, dass das Thermostat neben der Heiz- auch eine Kühlfunktion besitzt.

Der Messfühler im Thermoblock misst die Ist-Temperatur, die mit der Soll-Temperatur verglichen wird. Existiert eine Temperaturdifferenz, kühlt das Thermostat den Thermoblock ab oder heizt ihn auf.



Abb. 3.1: ThermoStat 5352 der *Fa. Eppendorf (D)* mit installiertem Thermoblock für 2 ml-Reagenzgefäße

Der verwendete Thermoblock enthält insgesamt 24 Reagenzgefäße mit einem maximalen Füllvolumen von je 2 ml, die mit den erforderlichen Messlösungen befüllt werden können. Es können noch andere Thermoblöcke mit einer anderen Anzahl an Reagenzgefäßen eingesetzt werden.

Die Einstellung der Soll-Temperatur kann in ganzzahligen °C-Schritten und im Temperaturbereich von -5°C bis +99°C erfolgen. Die Kommunikation zwischen Steuerrechner und Thermostat erfolgt über eine serielle RS-232-Schnittstelle.

3.1.2 Temperaturmesseinrichtung

Zu diesem Zweck wurde ein Thermoelement vom Typ PT-6 der *Fa. Physitemp Inc. (USA)* verwendet. Die am Thermoelement angebrachte Halterung ist an die 2ml Reagenzgefäße angepasst und sorgt für eine konstante Eintauchtiefe und verhindert eine Berührung mit der Gefäßwand (Abb. 3.2).

Es handelt sich um ein Thermoelement vom Typ T, das heißt der Metallübergang besteht aus Cu (+) und CuNi (-). Der Temperaturmessbereich des Thermoelementes erstreckt sich von -200°C bis 400°C.



Abb. 3.2: Thermoelement vom Typ PT-6 der *Fa. Physitemp Inc. (USA)*

Um die Thermospannung zu messen wurde das Digitalmultimeter 2700 mit Switching Module 7700 der *Fa. Keithley Instruments (USA)* verwendet. Das Digitalmultimeter wird über die serielle RS-232-Schnittstelle angesteuert. Die Temperaturauflösung beträgt 0,001°C. Die Referenzmessung der Vergleichsstelle erfolgt geräteintern. Als

Vergleichsstelle dienen die eingeschraubten Anschlussklemmen, an denen mittels eines Temperatur-Messwandlers die Temperatur gemessen wird.



Abb. 3.3: Digitalmultimeter 2700 der *Fa. Keithley Instruments (USA)*

3.1.3 Erzeugung einer definierten Sauerstoffkonzentration

Zur Herstellung einer Messlösung mit einer bekannten Sauerstoffkonzentration kommt eine Pumpe vom Typ IPC der *Fa. Ismatec (D)* zum Einsatz. Dabei handelt es sich um eine Schlauchpumpe mit Planetenantrieb. Die eigentliche Pumpvorrichtung besteht aus 8 Stahlrollen die aktiv angetrieben werden. Die Drehzahl kann dabei in einem Bereich zwischen 0,4 $^{U}/_{\min}$ und 45 $^{U}/_{\min}$ variiert werden, wobei 45 $^{U}/_{\min}$ der Maximaldrehzahl entspricht. Die Umdrehungszahl kann nur in „Prozent der Maximaldrehzahl" eingeben werden, d.h. im Bereich 0-100. Es können nur ganzzahlige Werte eingestellt werden. Die externe Ansteuerung der Pumpe erfolgt mit dem entsprechendem Befehlssatz (Anhang B) über eine RS-232 Schnittstelle.



Abb. 3.4: Die Pumpe IPC der *Fa. Ismatec (D)*

Der Schlauch wird in einer so genannten „Klick'n'go"-Kassette befestigt (Abb. 3.5). Die Kassette wird anschließend in der Pumpe befestigt. Insgesamt können vier

Schläuche eingelegt werden und somit zeitgleich vier Messlösungen begast werden. Die verwendeten Schläuche bestehen aus Silikongummi und haben einen Innendurchmesser von 2 mm und eine Wandstärke von 1 mm. Die Länge des Schlauchsystems beträgt 107 cm.



Abb. 3.5: Kasette mit Schlauch und Kanüle und Flügel (grün) um eine Fixierung im Reagenzgefäß zu ermöglichen.

Die Nulllösung (Lösung 1) kann zum Beispiel durch das Einrühren von Natriumsulfit (Na_2SO_3) in destilliertes Wasser hergestellt werden. Natriumsulfit ist in Wasser leicht löslich und kann durch Sauerstoff zu Natriumsulfat (Na_2SO_4) oxidiert werden. Die Summengleichung dafür lautet:

$$2Na_2SO_3 + O_2 \rightarrow 2Na_2SO_4$$

Somit wird der im Wasser gelöste Sauerstoff gebunden und die Sauerstoff-Konzentration beträgt dann idealerweise $c_{O_2} = 0 \frac{mol}{l}$. Allerdings kann es während des Messverlaufs zur Verunreinigung mit Sauerstoff kommen wenn dieser in die Lösung hineindiffundiert und kein Salz nachgegeben wird, d.h. Na_2SO_3 sollte im Überschuss vorhanden sein.

3.1.4 Messung des Sauerstoffgehaltes der Luft

Um eine Lösung mit bekannter Sauerstoffkonzentration herzustellen wird einerseits die Pumpe (siehe 3.1.3) und weiterhin ein Messgerät zur Messung des Sauerstoffgehaltes der Luft und des aktuellen Luftdrucks benötigt.

Als Messgerät wurde das ALMEMO® 2690 der *Fa. Ahlborn (D)* verwendet. Das Handgerät besitzt 5 Fühlereingänge und pro Eingang 4 Kanäle. Es können maximal 100 Messungen pro Sekunde durchgeführt werden. Das Gerät besitzt einen Anschluss für die serielle RS 232 Schnittstelle und kann mit Batterien oder mit einem Netzteil betrieben werden. Die Kommunikation mit dem Steuerrechner erfolgt über einen speziellen Befehlssatz (siehe 4.1.4).



Abb. 3.6: Gerät vom Typ ALMEMO® 2690 der *Fa. Ahlborn (D)* für die Messung des Luftdrucks und des Sauerstoffgehaltes (rot) der Luft.

Die einzelnen Fühler werden über spezielle Stecker an das Handgerät angeschlossen. In unserem Fall sind ein Sauerstoffsensor und ein Drucksensor angebracht. Das besondere an diesen Steckern ist, dass diese einen programmierbaren Datenträger (EEPROM) enthalten, in dem die Parameter der angeschlossenen Fühler und Geräte gespeichert werden. Dadurch werden die Einstellungen beim Anstecken an das Gerät übertragen. Bei den Parametern handelt es sich um den Messbereich mit Verstärkung, benötigte Spannungsversorgung, Messwertkorrekturen, Skalierungen, Dimensionen und die Fühlerbezeichnung. Die

Einstellung der Parameter kann manuell über das Handgerät oder über die serielle RS-232 Schnittstelle erfolgen.

Als Sauerstoffsonde wurde ein Modell vom Typ FY 9600-O2 ebenfalls von der *Fa. Ahlborn (D)* verwendet. Es handelt sich dabei um einen amperometrischen Sensor. Der Sensor beinhaltet eine Blei-Anode und eine Gold-Kathode die durch eine Elektrolytlösung voneinander getrennt sind. Die einzige Verbindung ist ein Stromschlüssel der den Messwiderstand beinhaltet. Durch eine sauerstoffpermeable Membran (Kunststofffilm) dringt durch Diffusion Sauerstoff in die elektrochemische Zelle. Der Sauerstoff wird an der Kathode unter Zuhilfenahme von Elektronen reduziert und Blei wird an der Anode oxidiert, wobei freie Elektronen entstehen. Der Ladungsträgerfluss erfolgt über den Stromschlüssel und über dem Messwiderstand kann eine Spannung gemessen werden, die proportional dem Sauerstoffgehalt der Luft ist. Der Messbereich liegt zwischen 1-100 % O_2, die Genauigkeit liegt bei 1 % O_2 und die Auflösung beträgt 0,01 % O_2. Die Ansprechzeit liegt laut Hersteller bei maximal 40 s und der Temperaturbereich für den Einsatz der Messsonde liegt zwischen -20 °C bis +50 °C. Dieser Temperaturbereich der Umgebungstemperatur wird bei dem Messplatz nicht unter- bzw. überschritten. Da der Sensor und das Handgerät beide vom selben Hersteller stammen, ist eine Kommunikation zwischen Handgerät und Sonde mittels eines Adapterkabels ZA 9600-AKO2 der *Fa. Ahlborn (D)* problemlos möglich.

Zur Messung des Luftdrucks wurde der Druckmesssensor FDA612SA der *Fa. Ahlborn (D)* verwendet. Dieser benötigt im Gegensatz zur Sauerstoffsonde kein Adapterkabel. Der Druckmesssensor ist bereits im Stecker integriert. Der Messbereich liegt zwischen 0-1050 mbar und die Auflösung beträgt 0,1 mbar. Die Abfrage der Messwerte erfolgt genau wie beim Sauerstoffsensor über den ALMEMO-Befehlssatz (siehe 4.1.4).

3.1.5 Sensorpositionierung

Um eine genaue Positionierung der Sensoren zu ermöglichen, kommt das Konstruktionssystem ELVamat der *Fa. ELV (D)* zum Einsatz. Es beinhaltet eine Grundplatte, zwei bipolare Schrittmotoren, die je eine Gewindestange antreiben,

Endtaster, Kabelverbindungen, sowie Verteiler- und Adapterplatine und den Sensorschlitten. Die hardwaremäßige Ansteuerung der Motoren erfolgt über die Schrittmotorsteuerung SMS 7000.

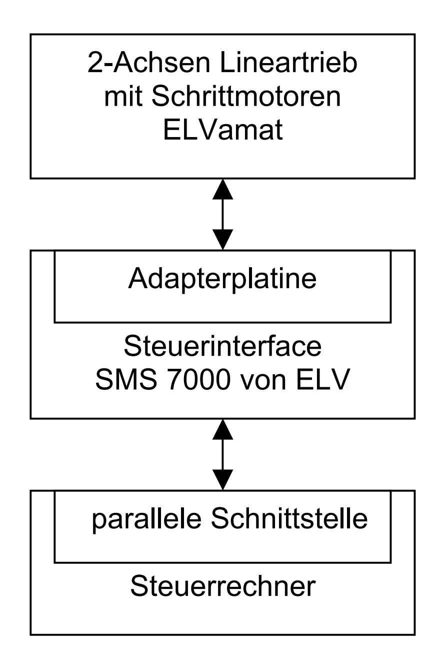


Abb. 3.7: Schema der gesamten Motorsteuerung

Unter einem Schrittmotor versteht man einen Motor, der aus einem Rotor (bewegliches Motorteil mit Welle) und einem Stator (unbewegliche Spulen) besteht. Beim Rotor handelt es sich um einen Permanentmagneten der sich nach dem durch die Spulen erzeugten Magnetfeld ausrichtet, sodass der magnetische Fluss maximal ist. So entsteht ein Drehmoment bzw. Haltemoment. Beim bipolaren Schrittmotor weisen gegenüberliegende Spulen ein unterschiedlich gepoltes Magnetfeld auf.

Der Sensorschlitten wird durch die zwei Gewindestangen in horizontaler und vertikaler Richtung verfahren und durch je 2 Führungsschienen stabilisiert. Hierbei ist ein Schrittmotor für die horizontale Bewegung des Schlittens und der andere Motor für die vertikale Bewegung zuständig (Abb. 3.8).

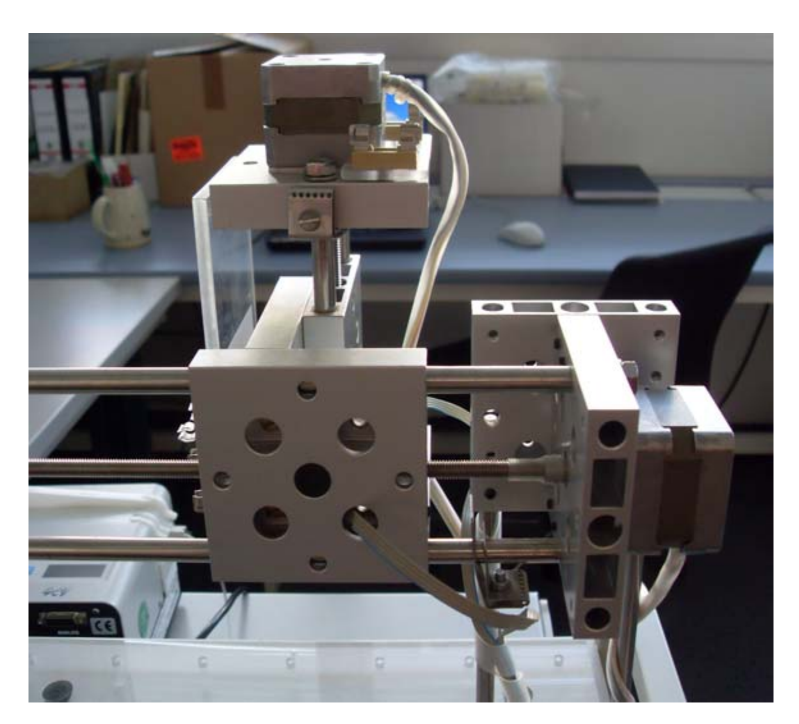


Abb. 3.8: Schrittmotoren und Sensorschlitten

Der Rechner ist über eine parallele Schnittstelle mit der Schrittmotorsteuerung SMS 7000 (Abb. 3.9) verbunden, die mit einer Eingangsspannung von U_{-}=18V versorgt wird. Die Schrittmotorsteuerung wandelt die Befehle die es vom Steuerrechner erhält in entsprechende Motorströme um.



Abb. 3.9: Schrittmotorsteuerinterface

3.1.6 Datenerfassung der Sauerstoffsensoren

Die Datenerfassung wurde mit einer Data Acquisition Card (DAQ-Card, dt. Datenerfassungskarte) des Typs „DAQ-Card 1200“ der *Fa. National Instruments Corporation (USA)* realisiert. Die Karte enthält einen A/D-Wandler mit einer Auflösung von 12-bit, was 2^{12} = 4096 Zuständen entspricht. Die maximale Abtastrate liegt bei 100kS/s (kilo Samples per second). Das Anschlussterminal wurde in einer

Sensoranschlussbox verbaut, an der die Sensoren über BNC-Stecker angeschlossen werden können. Nicht benutzte Anschlüsse sind kurzgeschlossen.



Abb. 3.10: DAQ-Karte mit Sensoranschlussbox

Die DAQ-Karte besitzt insgesamt 8 analoge Eingänge und 2 Ausgänge. Im differentiellen Modus stehen insgesamt 4 analoge Eingänge (4 Kanäle) zur Verfügung und jedes Eingangssignal besitzt seine eigene Referenz, wobei die Differenz zwischen Eingangssignal und der Referenz gemessen wird. In Tabelle 3.1 sind die möglichen Eingangsspannungsbereiche zu sehen.

Tabelle 3.2: Verstärkung und entsprechende Eingangsspannungsbereiche

Verstärkung	Eingangsspannungsbereich (differentieller Betrieb)
1	±5 V
2	±2,5 V
5	±1 V
10	±500 mV
20	±250 mV
50	±100 mV
100	±50 mV

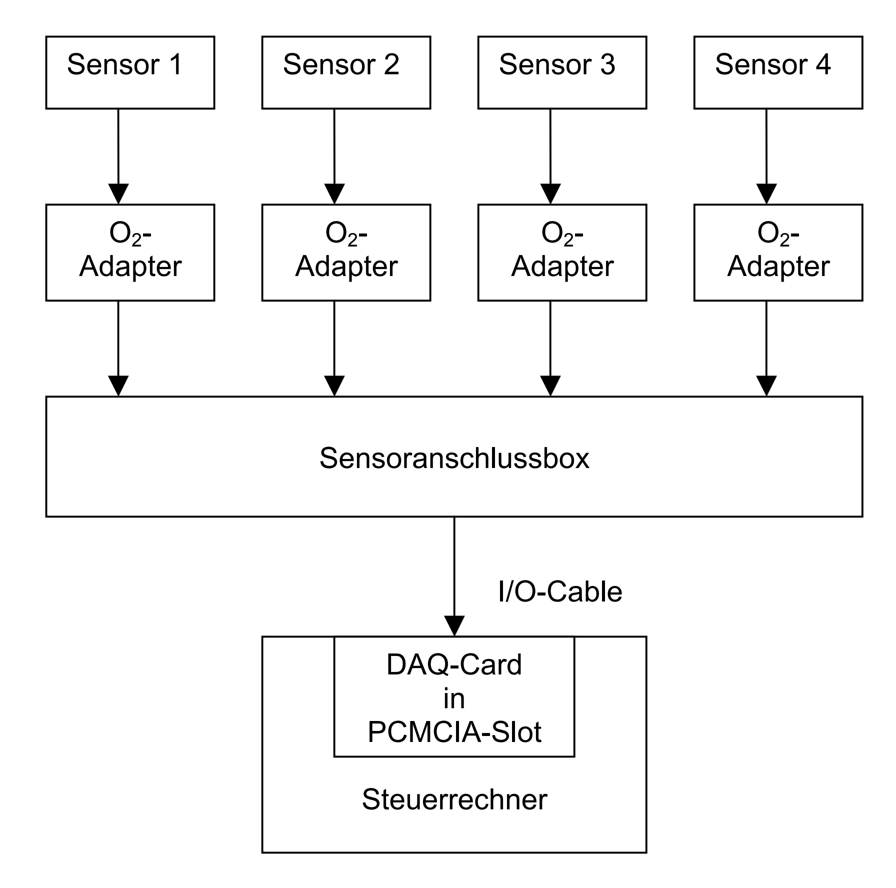


Abb. 3.11: Schema der Datenerfassung der Sauerstoffsensoren

Da die DAQ-Card nur Spannungen verarbeiten kann, muss zwischen Sensor und Sensoranschlussbox noch ein O_2-Adapter der Fa. Microelectrodes geschaltet werden (Abb. 3.11). Dieser hat die Aufgabe den Sensorausgangsstrom in eine Spannung umzuwandeln (Strom-Spannungswandler). Laut Datenblatt liefert der O2-Adapter bei einem Eingangsstrom von 5pA eine Ausgangsspannung von 1mV.

Die Datenerfassungskarte wird in den PCMCIA-Slot des Steuerrechners eingeschoben.

3.1.7 Verwendeter Sauerstoffsensor

In den Testmessungen wurden Sensoren vom Typ MI-730 der *Fa. Microelectrodes Inc. (USA)* verwendet. Dieser Sensor arbeitet nach dem amperometrischen Prinzip und eignet sich zur Messung des in einer Flüssigkeit gelösten Sauerstoffs. Der Messbereich erstreckt sich von 0 %-100 % gelösten Sauerstoffs.



Abb. 3.12: Sauerstoffsensor mit Zubehör

Im Lieferumfang enthalten ist eine Flasche Elektrolytlösung und mehrere sauerstoffpermeable Membrane, um sie bei Verschmutzung auswechseln zu können (Abb. 3.12). Die Referenzelektrode ist eine Silberelektrode. Während des Messvorganges verbraucht der Sensor $2{,}5 \cdot 10^{-4} \frac{\mu l}{h}$ Sauerstoff. In unseren Messungen wird allerdings durch die Pumpe stets Sauerstoff nachgeführt. Weshalb man diesen Wert vernachlässigen kann. Laut Hersteller erzeugt der Sensor bei 25°C einen Sensorausgangsstrom von 1700 pA in Luft.

3.1.8 Messplatzsteuerung

Als Steuerrechner fungiert ein Laptop vom Typ Satellite 2430-201 der *Fa. Toshiba (Japan)*. Die Ausstattung umfasst einen Intel® Pentium® mit einer Taktfrequenz von 2,53 GHz, 512 MB DDR RAM, eine 40 GB Festplatte und das Betriebssystem Windows XP. Der Rechner besitzt 1 parallele Schnittstelle, 1 serielle RS-232 Schnittstelle, 3 USB Schnittstellen und einen PCMCIA-Slot. Da fast jedes verwendete Gerät eine serielle RS-232 Schnittstelle besitzt, musste noch ein USB-to-RS 232 Adapter integriert werden. Dieser ermöglicht den Anschluss von bis zu 8 Geräten über eine USB-Schnittstelle. Die gesamte Messsoftware wurde mit LabVIEW Version 8.2.1 der *Fa. National Instruments Corporation (USA)* programmiert (siehe 3.2).

3.2 Software

Die Kommunikation der Hardware mit dem Steuerrechner wurde mit der Programmiersprache LabVIEW (**Lab**oratory **V**irtual **I**nstrument **E**ngineering **W**orkbench) Version 8.2.1 der *Fa. National Instruments Corporation (USA)* realisiert. Die auf der grafischen Programmiersprache G basierende Entwicklungsumgebung zeichnet sich dadurch aus, dass kein Programmcode eingegeben werden muss und die Programmierung im Stil einer Datenflussprogrammierung erfolgt. Über serielle oder parallele Schnittstellen kann nach einer Initialisierung mit den verschiedenen Hardwarekomponenten kommuniziert werden. Dazu stellt LabVIEW programminterne Funktionen in Form von grafischen Elementen zur Verfügung. Die Programmieroberfläche besteht zum einen aus dem Front Panel – die Bedienoberfläche für Anwender des fertigen Programms – und dem Block Diagram, der Oberfläche für die Programmierung des Datenflusses. An der Farbe der einzelnen Datenleitungen, welche die einzelnen Teilprogramme (VIs - **V**irtual **I**nstruments) untereinander verbinden, ist der übertragene Datentyp erkennbar. Zur besseren Übersichtlichkeit ist es ratsam die einzelnen Aufgaben des Messplatzes als eigenständige Teilprogramme zu realisieren die am Ende in einem Gesamtprogramm zusammengefasst werden. Wird ein Projektordner angelegt ist der Datenaustausch der einzelnen Teilprogramme untereinander durch so genannte „shared variables“ möglich. Die Software eignet sich sehr gut für die Signalerfassung und –verarbeitung mittels Datenerfassungskarten oder anderer Messhardware.

3.3 Testmesungen

Da es sich bei den Messlösungen um sehr kleine Flüssigkeitsvolumina handelt (2 ml) und bei den Messungen zum einen das Thermoelement und zum anderen der zu messende Sensor in die Lösung eingebracht werden, ist es notwendig einige Testmessungen anzustellen. Im Folgenden sollen die durchgeführten Untersuchungen näher beleuchtet werden.

3.3.1 Ermittlung der Förderrate der Pumpe

Für die Messung wurde ein Messgefäß mit einem Fassungsvolumen von 50 ml in ein Wasserbad getaucht und damit die Luftbläschen aufgefangen. Es wurde die Zeit gemessen bis verschiedene Volumina mit Luft gefüllt waren. Bei jeder Umdrehungszahl wurde die Zeit gemessen bis 10 ml, 20ml, 30 ml, 40 ml und 50 ml Luft in dem Gefäß aufgefangen wurden. Aus diesen 5 Werten wurde anschließend die mittlere Förderrate ermittelt und in Abhängigkeit von der Umdrehungszahl grafisch dargestellt.

3.3.2 Untersuchung der Wärmeableitung aus der Messlösung unter verschiedenen Bedingungen

Um die tatsächliche Ist-Temperatur der Messlösungen in den Reagenzgefäßen zu messen, kommt eine Temperaturmesseinrichtung zum Einsatz (siehe 4.1.2). Das Thermoelement befindet sich an Position 6.4 im Thermoblock und verfügt über eine Fixierungsmöglichkeit in Form eines Kunststoffrings. Wenn das Thermoelement in die Lösung eingetaucht wird, kann der Kunststoffring auf das Gefäß gesteckt werden, und die Messlösung mit dem Thermoelement ist somit abgeschlossen. In diesem Versuch wird das Thermoelement von einer Lösung in einem Reagenzgefäß an einer bestimmten Position in eine andere getaucht.

In einem anderen Versuch wurde zusätzlich zum Thermoelement noch ein Sauerstoffsensor in die Lösung getaucht. Die Sauerstoffsensoren werden über den 2-Achsen-Lineartrieb in die entsprechenden Messlösungen an die einzelnen Positionen verfahren. Da die Sensoren an Luft bewegt werden, gilt es die Temperaturänderung der Messlösung bei einer Stelltemperatur von 37 °C zu untersuchen, wenn der Sensor in die Lösung eintaucht. Dazu wurde das Thermoelement in einer Lösung platziert und der Sensor wird dann zusätzlich hineingetaucht.

Um den Zusammenhang zwischen Umdrehungszahl der Pumpe und der eventuellen Abkühlung der Lösung zu untersuchen, wurde das Thermoelement, zusammen mit der an den Pumpenschlauch angeschlossenen Kanüle in ein 2 ml Reagenzgefäß,

das sich im Thermoblock befindet, eingetaucht (Abb. 3.13). Das Thermoelement und die Kanüle sollten sich dabei nicht berühren.

Bei den Testmessungen wurde die Temperatur der Messlösung zuerst ohne Begasung mit Luft und anschließend mit Begasung gemessen. Dabei wurde die Pumpgeschwindigkeit variiert.

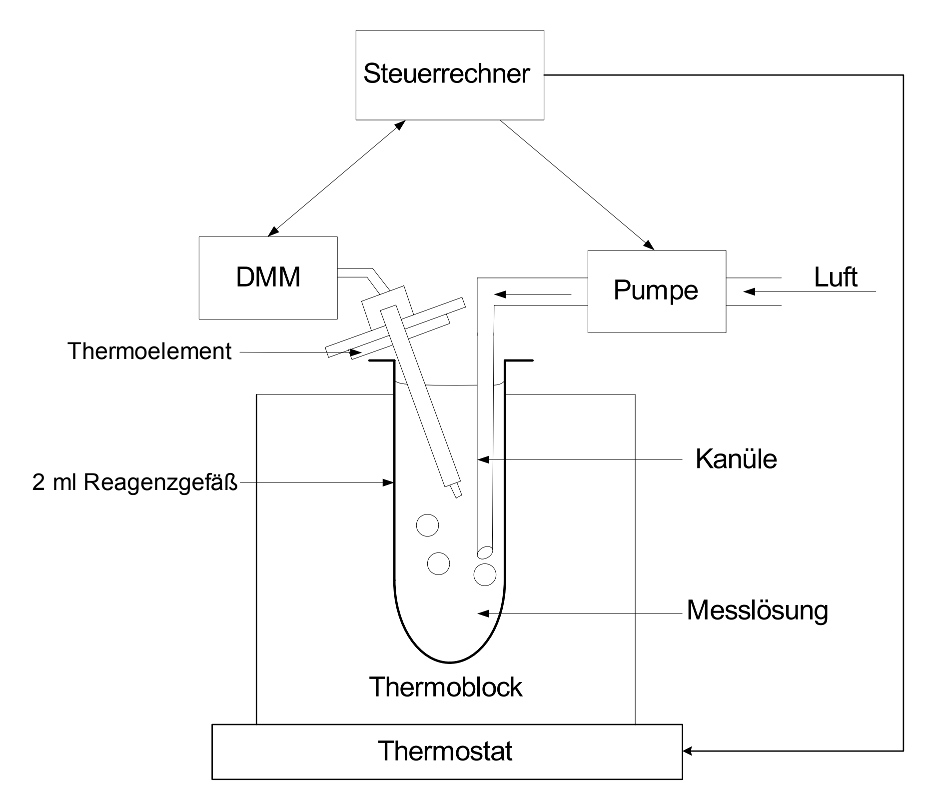


Abb. 3.13: Schematischer Messaufbau um das Temperaturverhalten der Messlösung bei Begasung mit Luft zu untersuchen

3.3.3 Testung des Gesamtprogramms mit 2 Sensoren

Um die Funktionstüchtigkeit des erstellten Messprogramms zu überprüfen wurden Testmessungen mit 2 angeschlossenen Sensoren durchgeführt. Dazu wurden die Sensoren einen Tag vor der ersten Testmessung vorbereitet. Die PTFE-Membran muss vom Sensor entfernet werden und wird mit Elektrolytlösung befüllt. Das stellt sich als sehr schwierig dar, weil nach dem Eintauchen der Sensorspitze möglichst keine Luftbläschen in der Messkammer vorhanden sein dürfen. Nachdem die Membran wieder auf den Sensor geschraubt ist wird dieser 24 Stunden in destilliertes Wasser getaucht. Dieser Vorgang ermöglicht das Aufquellen der PTFE-Membran.

Kurz vor dem Messstart wird die Nulllösung hergestellt.

Nachdem auch die anderen Reagenzgefäße gefüllt sind und die Pumpenschläuche fixiert sind, werden die Sensoren in der Sensorhalterung an Kanal 2 und 3 eingespannt und an der Sensoranschlussbox an den entsprechenden Kanälen angeschlossen. Danach werden alle Geräte angeschlossen und eingeschaltet und sobald der Steuerrechner hochgefahren, ist kann das Messprogramm gestartet werden.

Nachdem die zu bestimmenden Sensorkennwerte und die Temperatur, bei der die Messung stattfinden soll, ausgewählt wurden muss noch die Position der Nulllösung und der begasten Lösung festgelegt werden. Hierbei ist es günstig, für die Nulllösung Position 2 und für die mit Luft begaste Messlösung Position 3 oder höher festzulegen. Bevor der Knopf „Weiter“ betätigt wird ist noch ein Signalqualitätstest ratsam, um eventuelle Störungen auf dem Sensorsignal erkennen und beseitigen zu können. Nachdem das Einstellungsmenü verlassen und das Messmenü gestartet wurde, fährt der Sensorschlitten in die Nullposition und die Pumpe wird gestartet. Nachdem der Knopf „Messstart“ gedrückt wurde beginnt der jeweilige Messzyklus.

In diesem Beispiel wurde der Maximalzyklus gefahren, das entspricht Messzyklus 4. Es wird der Driftkoeffizient, der Übertragungsfaktor, bei 22 °C und 37 °C der Temperaturkoeffizient des Nullpunktes und der Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors bestimmt. Nach Beendigung der Messung wurden die erweiterten Protokolle gespeichert (siehe Anhang C) und die Standardprotokolle ausgedruckt.

4. Ergebnisse

4.1 Hardwarekomponenten

Der erarbeitete Sensormessplatz besteht aus den in Punkt 3.1 genannten Geräten. In Abbildung 4.1 ist der schematische Aufbau des Messplatzes zu sehen.

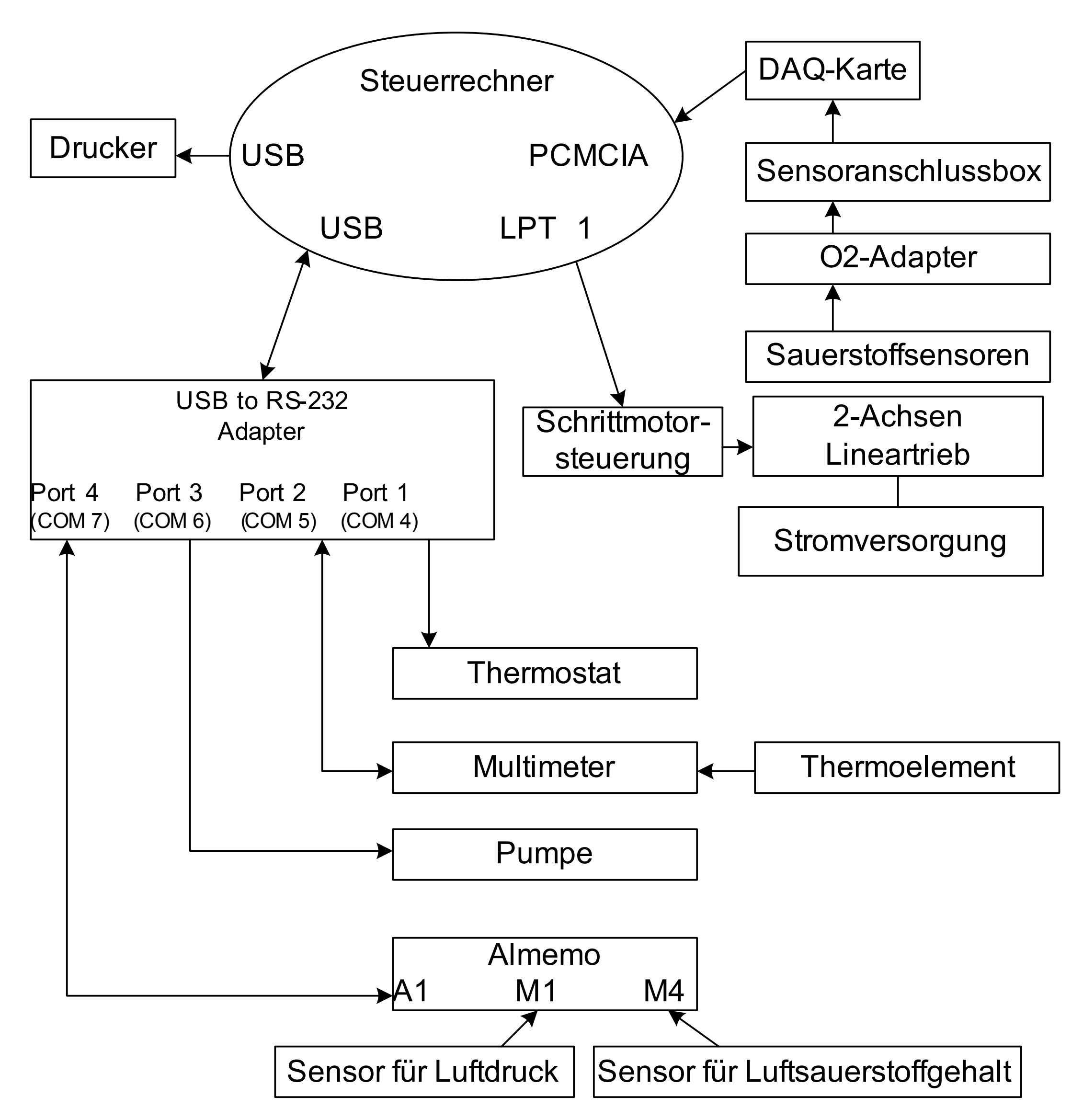


Abb. 4.1: Schematische Darstellung des Messplatzes für Sauerstoffsensoren

In Abbildung 4.2 ist die Temperiereinrichtung mit 2 zu messenden Sensoren an Kanal 2 und 3 zu sehen. Weiterhin sind das Thermoelement und 2 Schläuche zur Begasung der Lösung zu sehen.



Abb. 4.2: Temperiereinrichtung und 2-Achsen-Lineartrieb mit 2 eingespannten Sensoren

In Abbildung 4.3 ist der komplette Messplatz inklusive Messwagen zu sehen. Ein Anliegen an den Messplatz war die Mobilität. Aus diesem Grund ist die Möglichkeit alle Geräte auf einem Messwagen unterzubringen, von Bedeutung.



Abb. 4.3: Gesamtaufbau mit Messwagen

4.1.1 Temperiereinrichtung

Die Temperiereinrichtung dient dazu eine vorgegebene Temperatur in den Messlösungen zu erzeugen. Bei der Festlegung der Temperaturen bei denen die Messung stattfinden soll, wurde darauf geachtet, in welchen Umgebungen sich die Sensoren am häufigsten befinden. Da die Sensoren bei Zimmertemperatur gelagert werden und bei 37°C mikroskopiert wird, fiel die Wahl auf 22°C und 37°C.

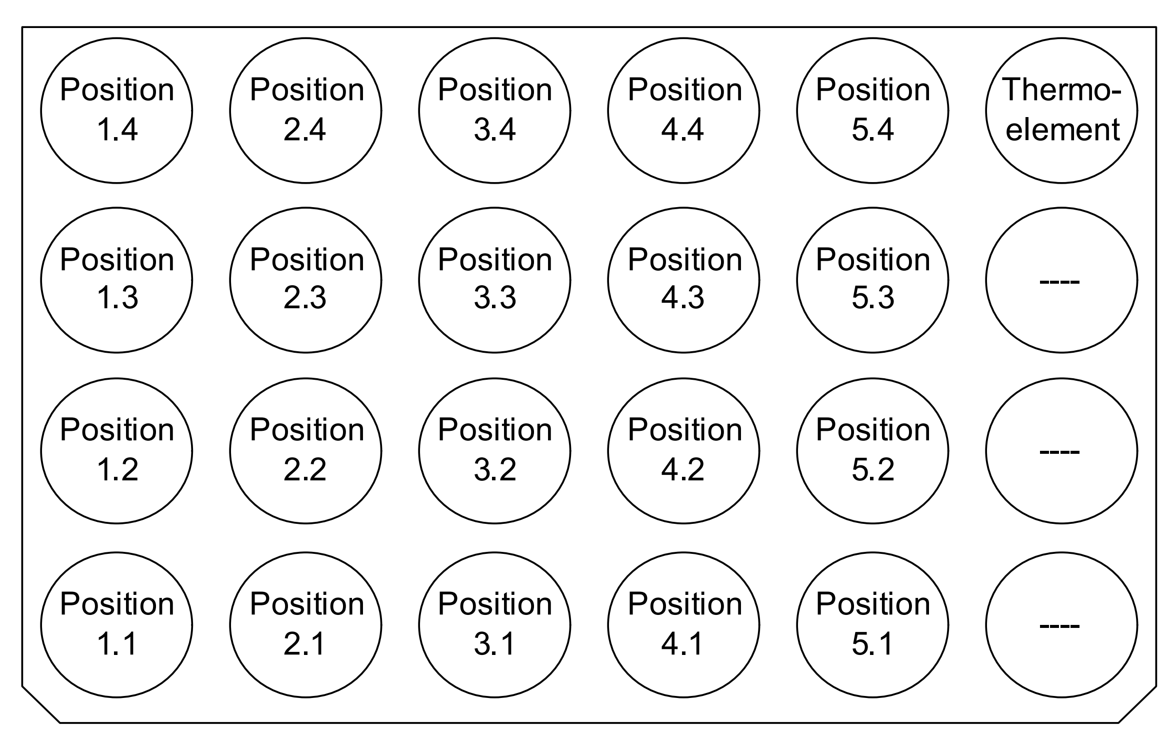


Abb. 4.4: Einzelpositionen des 2 ml-Thermoblocks

In Abbildung 4.4 ist der für den Messplatz verwendete Thermoblock in Draufsicht zu sehen. Es sind 24 Bohrungen zur Aufbewahrung von Reagenzgefäßen zu je 2 ml vorhanden. Diese erhalten entsprechend Abbildung 4.4 Positionsnummern. Die Nomenklatur der Positionsbezeichnung ist so gewählt, dass die erste Zahl die eigentliche Position ist und die zweite Zahl die Sensornummer, welche mit dem zugehörigen Messkanal übereinstimmt. Da maximal 4 Sensoren gleichzeitig untersucht werden können, kann diese Zahl maximal den Wert 4 annehmen. An derselben Position, bei Kanal 1, 2, 3 und 4, muss sich stets dieselbe Messlösung befinden. Wie in der Skizze zu sehen ist, kann die sechste und letzte Position nicht angefahren werden, da sich dort das Thermoelement befindet, welches zur genauen Messung der Temperatur in den Messlösungen benutzt wird (siehe 3.1.2).

Eine exakte Positionierung wäre ohne entsprechende Fixpunkte im Positionierungssystem nicht möglich. Aus diesem Grund enthält der Aufbau einen Thermostatanschlag, der dazu dient, die Position des Thermostats in Bezug zum Schrittmotoraufbau immer genau festlegen zu können.

4.1.2 Temperaturmesseinrichtung

Die Temperaturmesseinrichtung des Thermostats selbst ist für unsere Anwendung nur bedingt nutzbar. Das liegt daran, dass der Messfühler für die Ist-Temperatur unter dem Thermoblock angeordnet ist. Aufgrund der thermischen Trägheit des Thermoblocks und der darin enthaltenen, eventuell gefüllten Reagenzgefäße, führt das dazu, dass die gewünschte Soll-Temperatur in den Reagenzgefäßen stark verzögert erreicht wird. Deshalb kommt zusätzlich eine Temperaturmesseinrichtung mittels Thermoelement zum Einsatz, womit die Temperatur der Messlösungen direkt innerhalb eines Reagenzgefäßes des Thermoblocks bestimmt werden kann. Außerdem dient das Thermoelement als Sicherheitseinrichtung, um die Ist-Temperatur der Messlösungen zu überwachen. Das Thermoelement wird in einem Reagenzgefäß gefüllt mit destilliertem Wasser an Position 6.4 (Abb. 4.4) fixiert und am Switching Module des Digitalmultimeters an Kanal 20 in Slot 1 angeschlossen.

Mit Hilfe des mitgelieferten Befehlssatzes (siehe 4.2.2) wird am Multimeter die Temperaturmessbereitschaft hergestellt. Wird ein Abfragebefehl gesendet, misst das Multimeter die Thermospannung und ermittelt mit Hilfe der bekannten Temperatur der Vergleichsstelle, die aktuelle, vom Thermoelement gemessene Temperatur in der Lösung. Wie frühere Untersuchungen gezeigt haben [4], wird die Temperatur am Digitalmultimeter allerdings immer um 0,3 °C zu klein angezeigt. Aus diesem Grund wurde bei der Programmierung (siehe 4.2.2) ein Korrekturwert von 0,3 °C eingeführt.

4.1.3 Erzeugung einer definierten Sauerstoffkonzentration

Um die Kennwerte von Sauerstoffsensoren zu bestimmen ist es notwendig, Messlösungen mit einem genau definiertem Sauerstoffgehalt herzustellen. In dieser Messanordnung werden dabei Messlösungen mit einem Sauerstoffgehalt von 0 % (Nulllösung) und dem Luftsauerstoffgehalt benutzt. Da der Sauerstoffpartialdruck der

Luft aus dem gemessenen Luftdruck und dem Sauerstoffgehalt ermittelt werden kann, und somit bekannt ist, lässt sich bei der Begasung der Messlösung mit Luft eine Aussage über die Sauerstoffkonzentration in der Lösung treffen. Bei bekanntem Sauerstoffpartialdruck über der Lösung kann nun mittels Gleichung 2.1 die Sauerstoffkonzentration in der Lösung ermittelt werden.

Da die in der Pumpe verwendeten Silikonschläuche mit einem Außendurchmesser von 4 mm im Verhältnis zu den Reagenzgefäßen, mit einem Innendurchmesser von 8,7 mm, relativ dick sind, wurde an jeden Schlauch eine Flügelkanüle mit Katheter angebracht (Abb. 3.5), wie sie auch in der Infusionsmedizin verwendet wird. Der Vorteil ist, dass diese im Reagenzgefäß nicht so viel Platz benötigt und durch die Flügel zugleich eine Fixierungsmöglichkeit bietet.

4.1.4 Messung des Sauerstoffgehaltes der Luft

Mit dem Luftdrucksensor kann der momentane Luftdruck gemessen werden. Setzt man einen prozentualen Sauerstoffanteil von 20,91 % in der Luft voraus, kann man den Sauerstoffpartialdruck berechnen. Allerdings gilt dieser Normwert nur bei einer Temperatur von 25 °C. Außerdem befindet sich der Messplatz normalerweise in abgeschlossenen Räumen und je nachdem wie viel Menschen sich im Raum aufhalten, wird der Sauerstoffgehalt niedriger sein als unter freiem Himmel. Deshalb ist es zweckmäßig einen Sauerstoffsensor anzuschließen, der den prozentualen Sauerstoffanteil im Gasgemisch Luft misst. Anhand der Gleichungen 2.2 und 2.4 kann daraufhin die Sauerstoffkonzentration in der Messlösung bestimmt werden.

4.1.5 Sensorpositionierung

Um die Sensoren automatisch in die vorgesehene Messlösung zu verfahren, ist eine Motorsteuerung vorgesehen. Am Messplatz kommen dafür Schrittmotoren zum Einsatz, da sie eine sehr genaue Positionierung ermöglichen, relativ billig sind und über einen Befehlssatz einfach zu steuern sind.

Bei den verwendeten Motoren entspricht ein Schritt einem Drehwinkel von 3,75 °. Bei dem Gewinde auf den Gewindestangen handelt es sich nach DIN-Norm um ein M6-

Gewinde, mit einer Gewindesteigung von 1 mm. Bei einem Schritt entspricht der Verfahrweg demnach ca. 0,01 mm. Die Gewindesteigung in Verbindung mit dem Schrittwinkel des Motors, sind die begrenzenden Faktoren in der Positioniergenauigkeit und der Positioniergeschwindigkeit. Durch den Austausch der Gewindespindeln können diese Parameter verändert werden. An den Führungsschienen, die der Stabilisierung des Motors dienen, sind Endschalter angebracht (X_{min}, X_{max}, Y_{min}, Y_{max}, Abb. 4.5), die über den Steuerrechner abgefragt werden können. Somit kann der Schlitten in eine definierte Ausgangsposition verfahren werden (Schlitten schlägt an 2 Endtastern – X_{min} und Y_{min} - an), die Nullposition genannt wird. Befindet sich das Thermostat am Thermostatanschlag, kann damit begonnen werden, die Schritte des Schrittmotors bis zu den einzelnen Positionen genau auszumessen. Sollte sich das Thermostat irgendwann nicht mehr an derselben vorgegebenen Position befinden oder sollte ein anderer Thermoblock mit einer anderen Anzahl an Reagenzgefäßen eingesetzt werden, ist die Positionsermittlung erneut vorzunehmen. Für den 2 ml-Thermoblock wurde die Positionsbestimmung durchgeführt (Tab. 4.5).

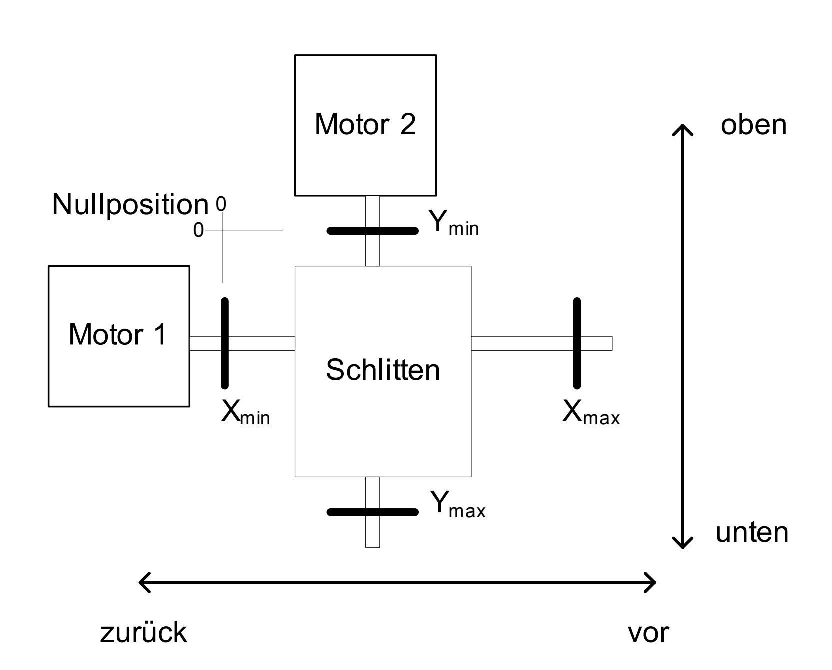


Abb. 4.5: Definition der Endschalter und Bewegungsrichtungen der Motorsteuerung

Am Sensorschlitten ist eine Plexiglasplatte mit vier Halterungen für insgesamt vier Sensoren angebracht. Das heißt mit dem Sensor-Messplatz können maximal vier Sensoren gleichzeitig getestet werden.

4.1.6 Datenerfassung der Sauerstoffsensoren

Eine wichtige Aufgabe des Sensormessplatzes ist die Erfassung und Weiterverarbeitung des Sensorsignals, aus dem letztendlich die Kennwerte ermittelt werden sollen. Die DAQ-Karte wird im differentiellen Modus betrieben, wobei 4 Kanäle gleichzeitig gemessen werden können. Der Eingangsspannungsbereich von ±1 V erwies sich als am besten geeignet. Dies entspricht einer Verstärkung von 5. Die Auflösung beträgt in diesem Fall 0,49 mV.

4.2 Softwaremodule

4.2.1 Ansteuerung der Temperiereinrichtung

Um die Messlösungen auf eine Temperatur von 22°C bzw. 37°C zu erhitzen oder abzukühlen und über die Messdauer eine konstante Temperatur zu realisieren, kommt das Thermostat zum Einsatz. Das Thermostat kann über eine serielle RS-232 Schnittstelle mit Hilfe des entsprechenden Befehlssatzes (siehe Anhang A) angesteuert werden.

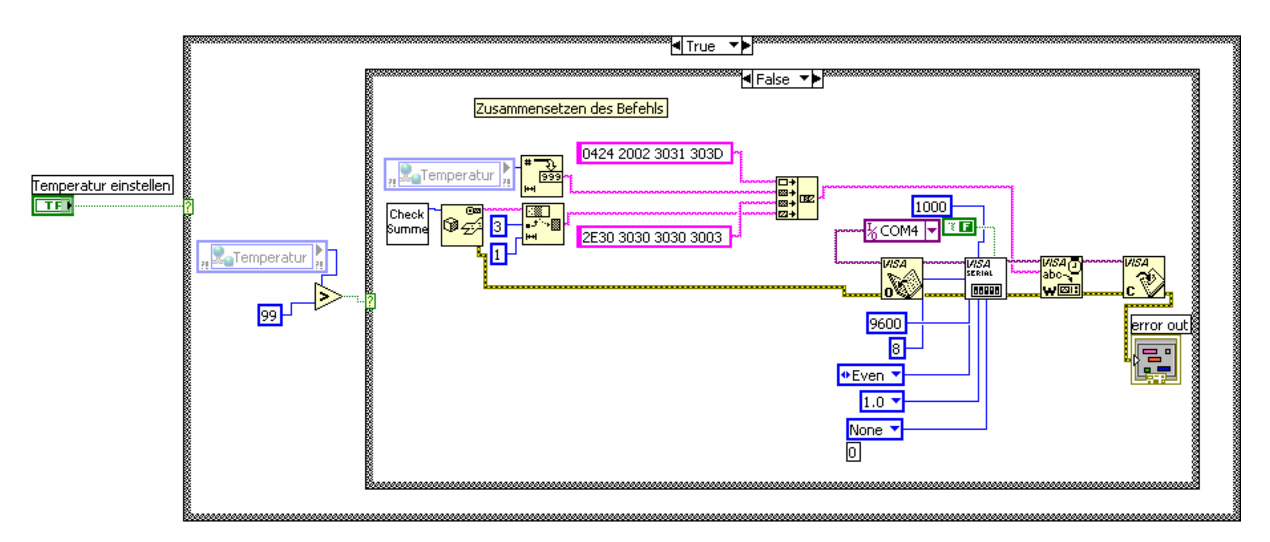


Abb. 4.6: Programmauszug "Ansteuerung Thermostat.vi"

Die Stelltemperatur wird als „shared variable“ an das Teilprogramm „Ansteuerung Thermostat.vi“ übergeben. Nachdem geprüft wurde ob die einzustellende Temperatur zwischen 0°C und 100°C liegt, wird mit dem Zusammensetzen des Befehls begonnen. Diese Prüfung erfolgt, da die Messlösungen weder sieden noch gefrieren sollen. Der erste Teil des Befehls lautet „0424 2002 3031 303D“. Dabei

entspricht 04h (4d) laut ASCII-Code dem Steuerzeichen EOT, also dem Ende der Übertragung. Gleichzeitig bedeutet dieses Steuerzeichen, dass der Empfänger des Befehls (das Thermostat) in einen Wartezustand gesetzt wird um den nächsten Befehl empfangen zu können. Die nächste Zahl 24h (36d) entspricht der Typadresse und 20h (32d) der Subadresse des Thermostats. Beide findet man in der „Gerätespezifischen Anlage zur allgemeinen Programmieranleitung" die im Lieferumfang des Thermostats enthalten ist. Darauf folgt 02h (2d) entspricht laut ASCII-Code dem Steuerzeichen „STX", was den Anfang des Textes kennzeichnet. Die nächste Gruppe aus 30h (48d), 31h (49d) und wiederum 30h (48d) entspricht laut ASCII-Code der Zahlenfolge „010" und damit dem Set-Befehl „SET_NOM_TEMP" aus dem Befehlssatz. Dieser dient dazu die Soll-Temperatur am Thermostat einzustellen (siehe Anhang). Die letzte Zahl 3Dh (61d) entspricht laut ASCII-Code „=". Als nächstes wird die Temperatur vom Datentyp „unsigned 8-bit integer" in einen „dezimalen string" transformiert und ebenfalles an den Befehl angehängt. Im nächsten Schritt wird die Komponente „2E30 3030 3030 3003" dem Befehl hinzugefügt. Dabei steht 2Eh (46d) laut ASCII-Code für „." und jede 30h (48d) für „0". Das Ende des Textes markiert 03h (3d) was gleichbedeutend mit dem ASCII-Steuerzeichen ETX ist. Am Ende wird noch die Checksumme angehängt.

Die Checksumme, auch Prüfsumme genannt, ist eine Möglichkeit Bitfehler bei der Übertragung von Daten zu erkennen und wird in einem eigenständigen Teilprogramm berechnet. Zur Berechnung müssen die einzelnen Hexzahlen des Befehls untereinander mit dem logischen „oder" verknüpft werden. Dazu muss der Befehl vom Datentyp „string" in den Datentyp „number" umgewandelt werden und wird anschließend logisch verbunden.

Das Thermostat ist am USB zu RS-232-Adapter an COM 4 angeschlossen (Abb. 4.1). Die Initialisierung serieller Schnittstellen erfolgt mittels „VISA"-Objekten, mit deren Hilfe alle notwendigen Einstellungen vorgenommen werden können. Dem Benutzerhandbuch des Thermostats sind unter anderem die Baudrate, die Parität und die Anzahl der Stopp-Bits zu entnehmen. Nachdem die Schnittstelle initialisiert ist, kann der Befehl – ebenfalls mittels „VISA"-Objekt – gesendet werden.

Um lange Verzögerungen zwischen den einzelnen Messungen zu vermeiden, ist es angebracht den Kühl- bzw. Heizvorgang der Messlösungen zu beschleunigen. Dies wurde mit den beiden VI's „Optimierung 22Grad.vi“ und „Optimierung 37Grad.vi“ umgesetzt. Liegt die momentane Ist-Temperatur, die mittels Temperaturmesseinrichtung gemessen wird, oberhalb von 24 °C und die Messlösungen sollen auf 22 °C abgekühlt werden, wird die Stelltemperatur auf 10 °C gesetzt. Erst wenn in den Messlösungen eine Temperatur von 24 °C erreicht ist, wird der Stelltemperatur der Wert 22 °C zugewiesen. Das Programm endet, sobald die Ist-Temperatur den Bereich zwischen 21,55 °C und 22,45 °C erreicht. Diese Grenzen wurden so gewählt um nicht zu nah an der Grenze des Toleranzschlauches (siehe 4.2.2) zu arbeiten und keine Fehlermeldung zu provozieren. Somit kann der Abkühlvorgang beschleunigt werden, allerdings ist darauf zu achten, dass kein Überschwingen der Temperatur stattfindet und die Untergrenze des Toleranzschlauches nicht unterschritten wird.

Der Heizvorgang auf 37 °C kann auf diese Art ebenfalls beschleunigt werden. Wird eine Ist-Temperatur unter 29,5 °C gemessen und die Messlösungen sollen auf 37 °C geheizt werden, wird die Stelltemperatur mit dem Wert 50 °C belegt, bis die Grenze von 29,5 °C erreicht ist und eine Temperatur von 38 °C eingestellt wird. Wie frühere Untersuchungen gezeigt haben, muss am Thermostat eine Temperatur von 38 °C eingestellt werden, wenn in den Reagenzgefäßen eine Ist-Temperatur von 37 °C erreicht werden soll [4]. Das Programm endet wenn die die Ist-Temperatur zwischen 36,55 °C und 37,45 °C gemessen wird.

Aus Sicherheitsgründen wurde in beide Teilprogramme ein Alarm integriert, falls eine Ist-Temperatur von 50 °C über- und 16 °C unterschritten wird. In diesem Fall würde eine Fehlermeldung erscheinen. Im Messprogramm können nur 22°C und 38°C am Thermostat eingestellt werden, sodass der genannte Temperaturbereich nicht verlassen werden dürfte. Falls doch kann davon ausgegangen werden, dass das Thermostat nicht mehr korrekt funktioniert und der Benutzer wird durch ein Dialogfenster aufgefordert das Gerät abzuschalten.

4.2.2 Temperaturmessung

Zur Feststellung der Ist-Temperatur in den Reagenzgefäßen ist die Temperaturabfrage über das Thermostat (siehe 4.1.1) nicht ausreichend. Aus diesem Grund ist es erforderlich die Ist-Temperatur in den Reagenzgefäßen mit einer Temperaturmesseinrichtung zu bestimmen. Diese besteht aus dem Thermoelement und dem Digitalmultimeter. Das Multimeter misst die Thermospannung und diese kann über eine serielle RS-232 Schnittstelle vom Steuerrechner mit dem Teilprogramm „Multimeter2.vi“ abgefragt werden. Am Anfang des Programms wird die serielle Schnittstelle nach den Vorgaben im Benutzerhandbuch eingestellt. Neben der Schnittstelle muss auch das Multimeter initialisiert werden (Tab. 4.1).

Tabelle 4.1: Befehlssatz zur Initialisierung des Digitalmultimeters

Befehl	Bedeutung
SYST:PRES	kontinuierlicher Messmodus
rout:clos (@120)	Schließen Kanal 20 (alle anderen geöffnet)
func “temp“	Temperaturmessmodus
unit:temp c	Maßeinheit °C
temp:tran tc	Messung mittels Thermoelement
temp:tc:type t	Thermoelement vom Typ t
temp:tc:rjun:rsel int	Referenzmessung erfolgt intern

Die Initialisierung erfolgt nur wenn das Unterprogramm im Messzyklus zum ersten Mal aufgerufen wird. Dies wurde im Programmablauf mit der „first call?“ realisiert, die den Wert „false“ übergibt, wenn das VI mehr als einmal aufgerufen wurde. Da das Multimeter in den kontinuierlichen Messmodus versetzt wird, muss bei mehrmaligem Aufruf des Programms nur noch der Befehl „data?“ an das Digitalmultimeter gesendet werden, um den aktuellen Messwert abzufragen. Anschließend wird der Korrekturwert von 0,3 °C addiert. Dabei ist zu beachten, dass zwischen der Initialisierung des Multimeters und der ersten Messwertabfrage eine Zeitverzögerung von 80 ms eingebracht wird, da das mechanische Schließen von Kanal 20 und das gleichzeitige Öffnen der anderen Kanäle Zeit beansprucht.

Die Temperaturmessung dient auch dazu während des gesamten Messzyklus die Ist-Temperatur zu kontrollieren und beim Verlassen des vorgegebenen Toleranzschlauches eine Fehlermeldung auszugeben. Der Toleranzschlauch erstreckt sich bei einer Stelltemperatur von 22 °C zwischen 21,5 °C und 22,5 °C und bei einer Stell-Temperatur von 37 °C zwischen 36,5 °C und 37,5 °C. Die Einführung des Toleranzschlauches ist notwendig, um eine möglichst konstante Temperatur der Messlösungen zu erzielen und damit eine genaue Bewertung der Sensorkennwerte zu ermöglichen und den Nutzer darauf hinzuweisen, falls dies nicht mehr gewährleistet ist. Der Benutzer kann dann selbst entscheiden, ob er die Messung fortsetzt und den dadurch entstehenden Messfehler in Kauf nimmt oder ob er das Messprogramm abbricht.

4.2.3 Erzeugung einer definierten Sauerstoffkonzentration in der Messlösung

4.2.3.1 Ansteuerung der Pumpe

Die Pumpe dient der Begasung der Messlösungen mit Luft und ist an COM 6 des USB zu RS-232-Adapters angeschlossen. Im Teilprogramm „IPC Treiber“ wird ein Befehl (siehe Anhang B) eingegeben und nach dem Initialisieren der seriellen Schnittstelle an die Pumpe gesendet (Abb. 4.7). Jeder Befehl beginnt mit der Pumpenadresse. Diese ist werkseitig mit 1 vorgegeben und kann Werte zwischen 1 und 8 annehmen, da maximal 8 Pumpen mit einer RS-232-Schnittstelle angesteuert werden können. Diese Adresse wird auch beim Ausschalten der Pumpe gespeichert.

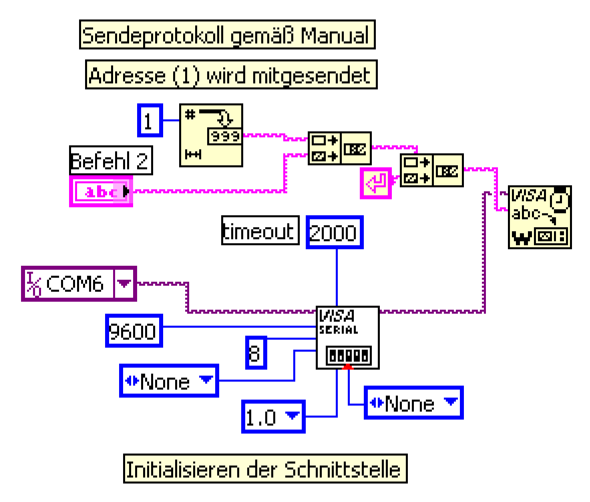


Abb. 4.7: Programmauszug "IPC Treiber.vi"

Der Treiber für die Pumpe ist die Grundlage für das Teilprogramm „Ansteuerung Pumpe.vi“ in dem der Benutzer die Drehzahl in % von der Maximaldrehzahl eingeben kann. Wird „100“ eingegeben entspricht das der Maximaldrehzahl von 45 $U/\min$. Durch die Start- und Stopp-Taste kann die Pumpe gestartet oder angehalten werden. Wird für die Drehzahl ein Wert größer als 100 eingegeben erscheint ein Dialogfenster das den Benutzer des Programms auffordert eine Drehzahl von 0 bis 100 einzugeben.

4.2.3.2 Messung des Sauerstoffgehaltes und des Luftdrucks

Das ALMEMO® Handgerät wird an COM 7 am USB zu RS-232-Adapter angeschlossen. Die Ansteuerung des Gerätes erfolgt mit dem Teilprogramm „Luftdruckmessung.vi“ das neben der Ansteuerung auch noch Berechnungen durchführt. In diesem Programm wird der Sauerstoffpartialdruck nach Gleichung 2.4 berechnet und außerdem die Henry-Konstante bei der entsprechenden Temperatur in der Lösung (Gl.: 2.1). Nach der Konfiguration der seriellen Schnittstelle entsprechend den Vorgaben im Handbuch erfolgt die Messung des Luftdrucks durch den am Handgerät an Steckplatz M1 befestigten Luftdrucksensor. Der Befehlssatz zur Messwertabfrage ist in Tabelle 4.2 zu sehen.

Tabelle 4.2: Auszug aus dem ALMEMO®-Handmessgerät Befehlssatz

Befehl	Bedeutung
M01	Messstelle 1 (Steckerplatz M1 am Gerät)
M04	Messstelle 4 (Steckerplatz M4 am Gerät)
p	Messwert vom Messkanal

Die Sauerstoffsonde ist mit Hilfe des Adapterkabels an Steckplatz 4 am Handgerät befestigt. Die Sonde misst den Sauerstoffgehalt der Luft in %. Anschließend wird daraus, zusammen mit dem gemessenem Luftdruck, der Sauerstoffpartialdruck der Luft berechnet. Anschließend wird die spezifische Henry-Konstante bei der jeweiligen Temperatur der Lösung berechnet.

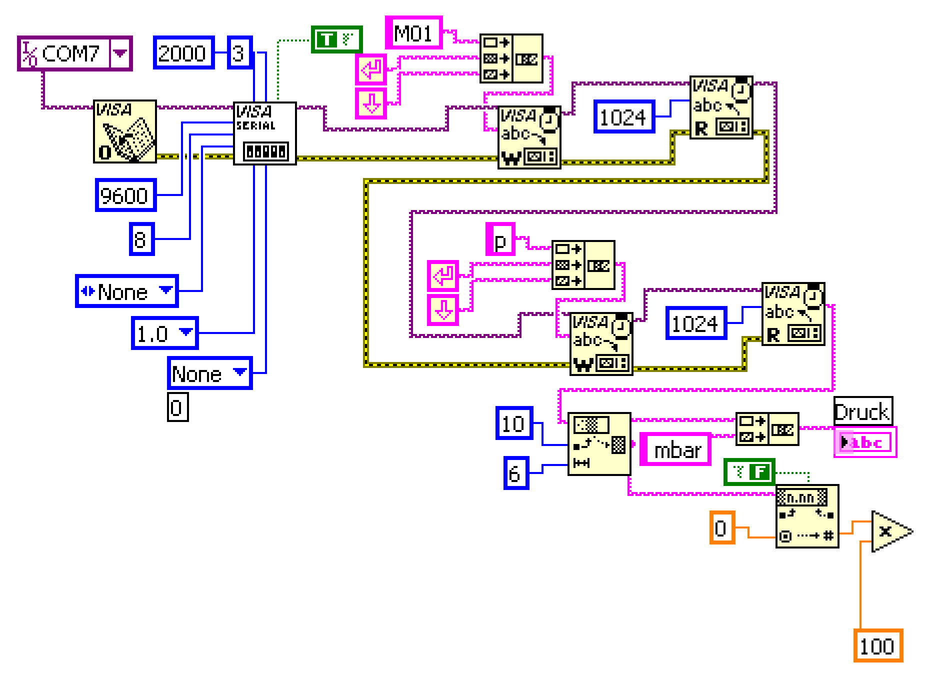


Abb. 4.8: Programmauszug "Luftdruckmessung.vi". Dargestellt ist die Luftdruckmessung. Weiterhin wird der Sauerstoffgehalt gemessen und der Sauerstoffpartialdruck bestimmt.

4.2.4 Motorsteuerung

Zur Positionierung der Sensoren in den entsprechenden Messlösungen werden Schrittmotoren verwendet. Die Ansteuerung und die Bereitstellung entsprechender Steuerströme erfolgt mittels der Schrittmotorsteuerung. Wie in 4.1.5 bereits beschrieben, entspricht ein Motorschritt einem Schrittwinkel von 3,75 ° und einem Verfahrweg von 0,01 mm. Da bei der Positionierung der Sensoren keine so hohe Genauigkeit erforderlich ist, wurde der Schrittwinkel programmtechnisch von 3,75 ° auf 15 ° erhöht. Der Verfahrweg pro Programmschritt entspricht somit 0,04167 mm. Bei 24 Programmschritten (Schrittzahl) dreht sich die Spindel somit einmal um die eigene Achse.

In dem Teilprogramm „Motorsteuerung mit Weg.vi“ können die Sensoren „manuell“ verfahren werden. Dies macht es möglich Positionen zu lernen, falls sich die Position des Thermostats zum Lineartrieb verändert oder ein anderer Thermoblock verwendet wird. Es muss neben der Auswahl des Motors und der Bewegungsrichtung, die Schrittzahl vorgegeben werden. Je nachdem welche Auswahl getroffen wird, muss die entsprechende Bitfolge für die jeweilige Motorbewegung (Tab. 4.3) im Datenregister mit der Adresse 378h gesetzt werden. Die Bitfolge setzt sich aus je 4

Bit zusammen, wobei das nullte und erste Bit die Richtung des Stromflusses in den Spulen in Motor 1 festlegt und das zweite und dritte Bit die Drehrichtung für Motor 2 vorgibt (Tab. 4.3).

Tabelle 4.3: Bitfolgen zur Ansteuerung der einzelnen Motoren

Befehl	4-Bit Folge binär	4-Bit Folge dezimal
Motor 1 vorwärts	0001	1
	0011	3
	0010	2
	0000	0
Motor 1 rückwärts	0010	2
	0011	3
	0001	1
	0000	0
Motor 2 hoch	0100	4
	1100	12
	1000	8
	0000	0
Motor 2 runter	1000	8
	1100	12
	0100	4
	0000	0

Wie oft die Befehle gesendet werden – also wie viele Programmschritte gemacht werden – steuert eine Schleife, die so oft durchlaufen wird, wie es die Schrittzahl vorgibt (Abb. 4.9). Zwischen dem Senden der einzelnen Befehle, muss eine Zeitverzögerung von 5 ms eingebracht werden, da die Schrittmotorsteuerung sonst einige Schritte nicht ausführt. Da keine Information vorliegt, ob ein Schritt tatsächlich ausgeführt wurde, würde ein solcher Fall zu einer Fehlpositionierung der Sensoren führen. Nach jedem Schleifendurchlauf wird die Schrittzahl inkrementiert bzw. dekrementiert, je nachdem welche Bewegungsrichtung ausgewählt wurde.

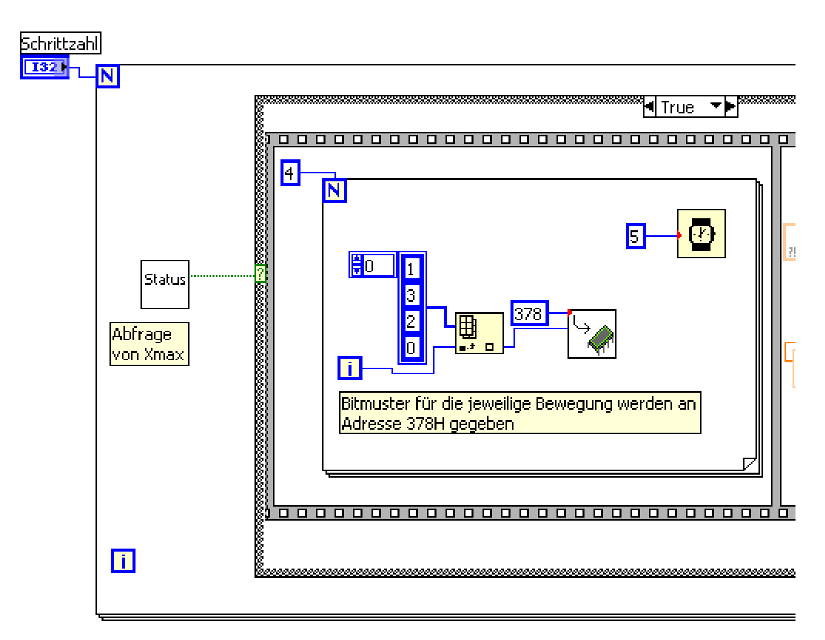


Abb. 4.9: Programmauszug der Motorsteuerung

Das Unterprogramm „Statusregister.vi“ dient dazu das Statusregister und damit den Endschalter der jeweiligen Bewegungsrichtung (Abb. 4.5), permanent abzufragen. Erreicht der Sensorschlitten einen Endschalter soll die Bewegung stoppen, da der Motor sonst die Drehung gegen den mechanischen Widerstand des Endschalters fortsetzen würde, was einen Motorschaden zur Folge haben kann. Das Statusregister mit der Port-Adresse 379h setzt sich aus insgesamt 8 Bit zusammen (Tab. 4.4).

Tabelle 4.4: Bitbelegung Statusregister

Bit	Verwendung	Position des Sensorschlittens
0	Nicht verwendet	
1	Nicht verwendet	
2	Nicht verwendet	
3	Endschalter Y_{max} (0=geschlossen, 1=offen)	oben
4	Temperaturabfrage der Endstufe (0=ok, 1=zu heiß)	
5	Endschalter X_{max} (0=geschlossen, 1= offen)	rechts
6	Endschalter Y_{min} (0=geschlossen, 1= offen)	unten
7	Endschalter X_{min} (0=geschlossen, 1= offen)	Links

Durch die unveränderliche Position der Endschalter in der Positionierungseinheit ist es möglich, eine genau definierte Ausgangsposition, die Nullposition, der Sensoren festzulegen. Ausgehend davon ist es möglich, den einzelnen Reagenzgefäßen im Thermoblock konkrete Schrittzahlen zuzuordnen (Tab. 4.5) und eine genaue Positionierung der Sensoren zu ermöglichen.

Tabelle 4.5: Einzelpositionen mit Schrittzahl für 2 ml Thermoblock von der Fa. Eppendorf (D)

Position	Schrittzahl
1	0
2	400
3	800
4	1220
5	1640

Mit Hilfe des Teilprogramms „Nullposition.vi“ kann der Sensorschlitten in die Nullposition verfahren werden. Dazu wird der Sensor zuerst aus der Lösung nach oben herausgefahren, d.h. zuerst wird Motor 2 angesprochen, bis der Endtaster Y_{max} erreicht ist. Danach wird der Schlitten mit Motor 1 zurück (Abb. 4.5) bewegt, bis der Endschalter X_{min} erreicht ist. Die Reihenfolge ist unbedingt einzuhalten, da bei einer Bewegung in horizontaler Richtung ein eingespannter Sensor beschädigt werden kann, falls der Schlitten noch nicht komplett aus der Lösung herausgefahren wurde. Wird die Nullposition erreicht, werden die Zählvariablen „Counter“, „Schrittweite manuell y“ und „Schrittweite manuell x“ initialisiert und auf „0“ gesetzt.

Das Teilprogramm „Einzelpositionen optimiert“ ermöglicht es alle Positionen (Abb. 4.4) automatisch anzufahren. Neben der Schrittzahl aus dem Teilprogramm „Motorsteuerung mit Weg.vi“ ist hier noch eine andere Zählvariable „Counter“ bedeutsam, die die Schrittzahlen der automatisch angefahrenen Positionen speichert. Die Summe der Schrittzahl durch „manuelles“ Verfahren und „Counter“, d.h. der Schrittzahl durch automatisches Verfahren ergibt die aktuelle Position des Schlittens in horizontaler Richtung. Wie auch beim Anfahren der Nullposition wird der Schlitten hier zuerst in vertikaler Richtung bewegt, um einen eventuell eingespannten Sensor nicht zu beschädigen. Die Schrittzahl für die jeweilige Position ist in den Positions-Variablen abgelegt. Bei den benutzten Variablen handelt es sich

um so genannte „shared variables“, die in allen Teilprogrammen des Projekts verwendet werden können und somit einen Datentransfer über die Grenzen des Teilprogramms hinaus ermöglichen.

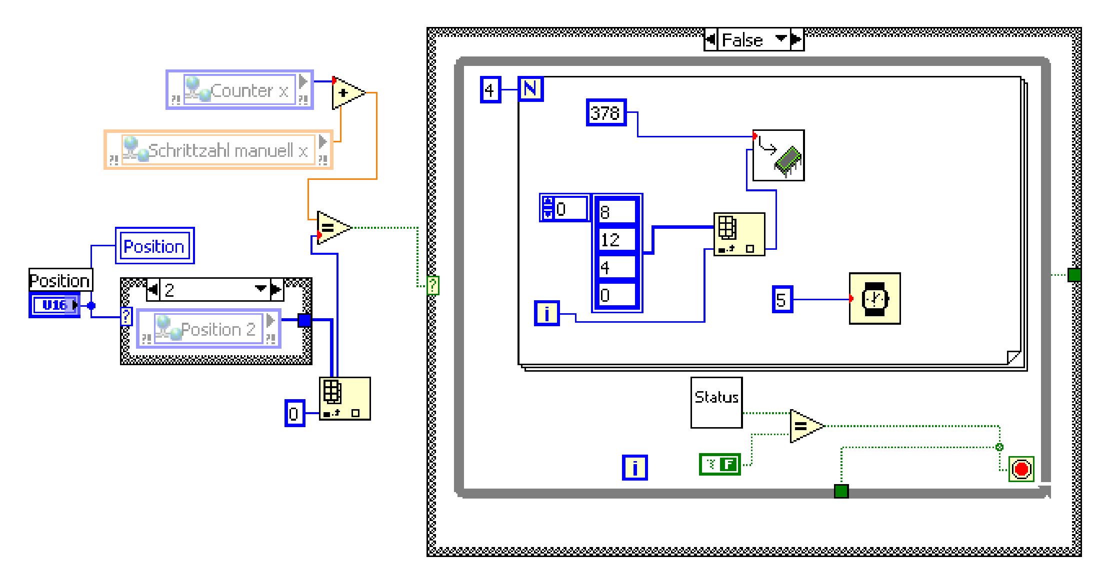


Abb. 4.10: Programmauszug "Einzelposition optimiert.vi"

Ist der Sensor nach oben aus der Messlösung herausgefahren, vergleicht das Programm die Gesamtschrittzahl der aktuellen Position mit der Schrittzahl der anzufahrenden Position (Tab. 4.5). Sind beide verschieden voneinander wird der Schlitten, je nachdem ob die Differenz einen positiven oder negativen Wert besitzt, nach links oder rechts bewegt, um zur vorgegebenen Position zu gelangen. Sind beide gleich, bewegt sich der Schlitten nicht.

Da verschiedene Thermoblöcke mit einer unterschiedlichen Anzahl an Reagenzgefäßen und deshalb auch einen anderen Abstand der Gefäße (Positionen) untereinander verwendet werden können, ist es möglich „Positionen zu lernen“. Nach Anfahren der Nullposition und Auswahl der Bewegungsrichtung und des Motors kann eine Schrittzahl eingegeben werden, woraufhin der Sensorschlitten an diese Position verfahren werden kann. Auf diese Art und Weise können verschiedene Positionen angefahren werden und diese aktuelle Position als neue Position … gespeichert werden. Dabei wird sowohl die Schrittzahl in horizontaler Richtung als auch die Schrittzahl in vertikaler Richtung gespeichert.

4.2.5 Datenerfassung der Sauerstoffsensoren

Im gesamten Messprogramm erfolgt die Datenerfassung mit zwei verschiedenen Teilprogrammen. Das VI „DAQ auslesen.vi“ erfasst die Daten mit der vom Bediener im Untermenü (siehe 4.2.6.1) eingegebenen Abtastrate und der vorgegebenen Anzahl der Messwerte. Dieses VI misst den Sensorausgangsstrom zu den Zeiten t_{M1} und t_{M2} (Abb. 4.11) um daraus Kennwerte zu berechnen. Das VI „Signalverlauf darstellen.vi“ dient dazu den Sensorausgangsstrom während der Messung grafisch darzustellen. Diese Datenerfassung erfolgt mit einer Abtastrate von 0,5 Hz, das heißt alle 2 Sekunden wird ein Wert des Sensorausgangsstroms zur Anzeige gebracht. Diese Werte dienen soweit nicht der Berechnung von Kennwerten, sondern lediglich zur Information des Benutzers während der Untersuchung. In Abbildung 4.11 ist der Unterschied der einzelnen Messzeiten am Beispiel einer Messung des Driftkoeffizienten verdeutlicht.



Abb. 4.11: Darstellung der einzelnen Messzeiten

t_E = Einschwingzeit (Standardeinstellung: 200 s)
t_{M1} = Messzeit 1 (Standardeinstellung: 0,2 s)
t_D = Driftzeit (Standardeinstellung: 1800 s)
t_{M2} = Messzeit 2 (Standardeinstellung: 0,2 s)

Bis die Diffusion des Sauerstoffs durch die semipermeable Membran erfolgt ist und ein erstes Ausgangssignal messbar wird vergeht eine gewisse Zeit. Diese nennt man Totzeit. Die Einschwingzeit t_E hingegen endet, wenn das Sensorausgangssignal nahezu konstant ist. „Konstant“ heißt in diesem Sinne bis das Signal einen Toleranzschlauch erreicht und sich in diesem einschwingt.

Die beide Messzeiten t_{M1} und t_{M2} ergeben sich aus der im Untermenü (siehe 4.2.6.1) eingegebenen Abtastrate und der Anzahl der Messwerte.

Für die Dauer der Messzeit gilt:

$$t_{M1,M2} = \frac{1}{f} \cdot n \qquad (4.1)$$

f = Abtastfrequenz (Standardeinstellung: 500 Hz)

n = Anzahl der Messwerte (Standardeinstellung: 100)

Somit ergeben sich mit den Standardeinstellungen Messzeiten von 0,2 s.

Im Teilprogramm „DAQ auslesen.vi“ werden die 4 möglichen Sensorkanäle mit der Funktion „AI Signalverläufe erfassen“ abgefragt (Abb. 4.12). Neben der Namen der Kanäle muss der Eingangsspannungsbereich von 1V bis - 1 V eingegeben werden, was einer Verstärkung von 5 entspricht (siehe 3.1.6). Dieser erwies sich bei der Messung des Sensorausgangsstroms als am besten geeignet. Die Anzahl der Messwerte und die Abtastrate sind in Variablen hinterlegt und bestimmen die Messzeit.

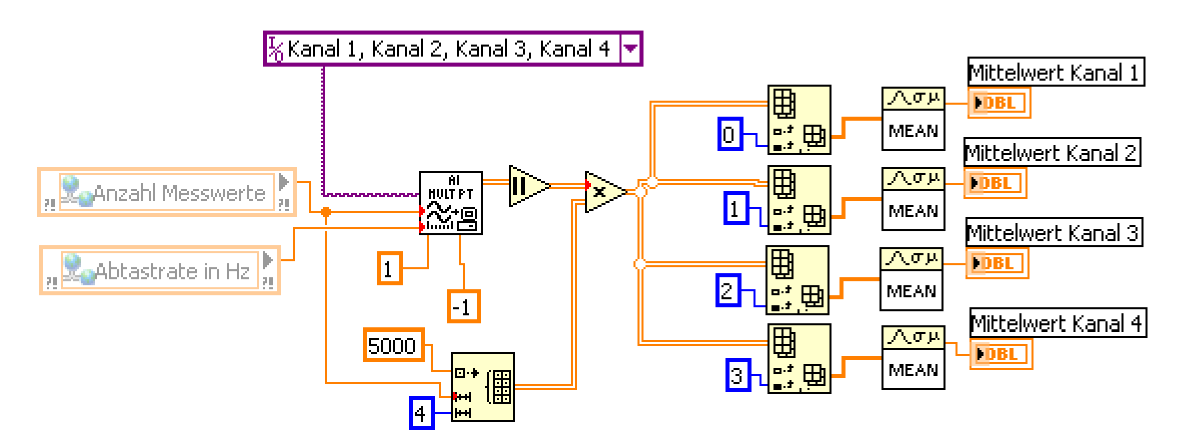


Abb 4.12: Programmauszug "DAQ auslesen.vi"

Der mittels DAQ-Karte gemessene Spannungsverlauf, muss nun unter Berücksichtigung des Übertragungsverhaltens des O_2-Adapters in den Sensorausgangsstrom zurückgerechnet werden. Da die Spannungswerte in V ausgegeben werden und der Adapter einen Eingangsstrom von 5 pA in eine Spannung von 1mV überträgt, müssen die Spannungsmesswerte mit dem Faktor 5000 multipliziert werden. Von den standardmäßig 100 Messwerten pro Kanal wird

schließlich noch der Mittelwert gebildet und für die Kennwertberechnung bereitgestellt.

Das VI „Signalverlauf darstellen.vi“ liefert aller zwei Sekunden Messwerte (Sensorausgangsstrom- und Temperaturmesswert) die dann im Messmenü (siehe 4.2.6.3) in den entsprechenden Diagrammen für den Untersucher zur Anzeige gebracht werden.

4.2.6 Messplatzsteuerung

4.2.6.1 Einstellungsmenü

Unmittelbar nach dem Start des Messprogramms erscheint die Bedienoberfläche des Einstellungsmenüs, die Nullposition wird angefahren und es erfolgt die Initialisierung aller im Messprogramm verwendeten Variablen. Jeder Wert eines Eingabefensters wird in einer Variablen hinterlegt. Die „shared variables“ mit den Schrittzahlen der einzelnen Positionen werden alle mit den in Tabelle 4.5 angegebenen Schrittzahlen vorbelegt. Weitere Vorbelegungen sind in Tabelle 4.6 dargestellt.

Tabelle 4.6: Vorbelegung einiger Variablen bei Start des Messprogramms

Variable	Initialisierungswert
Einschwingzeit in s	200
Driftzeit in s	1800
Korrekturwert für Digitalmultimeter in °C	0,3
Anzahl der Messwerte pro Kanal	100
Abtastrate in Hz pro Kanal	500
Undrehungszahl der Pumpe in %	40

Im Einstellungsmenü können die zu bestimmenden Kennwerte sowie die Temperatur(en) bei der gemessen werden soll, ausgewählt werden (Abb. 4.13). Mit der Kennwertauswahl, der Temperaturauswahl und der Auswahl der Anzahl der Lösungen (nur Null- oder begaste Lösung oder beide Lösungen), ergeben sich insgesamt 93 verschiedene Kombinationsmöglichkeiten der Schalterstellungen (siehe Anhang D).

Sauerstoffsensor-Messplatz

Einstellungen

Zu bestimmende Kennwerte

Driftkoeffizient | Übertragungsfaktor | Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors | Temperaturkoeffizient des Nullpunktes

Temperatur

Medium

Sensornummer | Sensortyp | Hersteller | Adaptertyp | Adapternummer

Sensor 1

Sensor 2

Sensor 3

Sensor 4

Untersucher

Positionsangabe

Position der Nullösung

Position der begasten Lösung

Einstellungen

Einstellungen speichern | Einstellungen laden | Einstellungen löschen

Signalqualitätstest | Bemerkungen | Untermenü

Sensoren

Pos. lernen

Weiter

Abb. 4.13: Bedienoberfläche Einstellungsmenü

Für jeden Sensor kann die Sensornummer, der Sensortyp, der Hersteller sowie der Adaptertyp und die Adapternummer des verwendeten O_2-Adapters angegeben werden. Diese erscheinen dann auf dem Protokoll (siehe 4.2.6.4). Die eingegebenen Sensordaten können auf Wunsch gespeichert werden, in dem der Knopf „Einstellungen speichern“ gedrückt wird und das subVI „Speichern.vi“ startet. Dieses Teilprogramm legt – insofern er noch nicht existiert – einen Ordner mit dem Namen „Optionen“ an, der die verschiedenen Einstellungsdateien die bisher gespeichert wurden, als .xml-Datei mit dem Dateinamen „OptionX.xml“ (X = Index) enthält. Der relative Dateipfad des Optionsdateien-Ordners entspricht dem Pfad des Messprogramms. Dies ist von Bedeutung, falls das Messprogramm einmal auf einem anderen Rechner als dem Steuerrechner des Sensormessplatzes betrieben werden soll. Nach Drücken des Knopfes „Einstellungen laden“ öffnet sich ein Dialogfenster in dem die gewünschte Optionsdatei ausgewählt werden kann und die Einstellungen geladen werden. Außerdem gibt es die Möglichkeit Positionen zu lernen.

Um eventuelle Störungen auf dem Sensorsignal festzustellen und gegebenenfalls zu beseitigen, ist vor der Messung ein Signalqualitätstest angebracht. Durch Drücken

des entsprechenden Knopfes im Einstellungsmenü startet das Teilprogramm „Signalqualitätstest.vi“ und es öffnet sich eine neue Bedienoberfläche (Abb. 4.14).

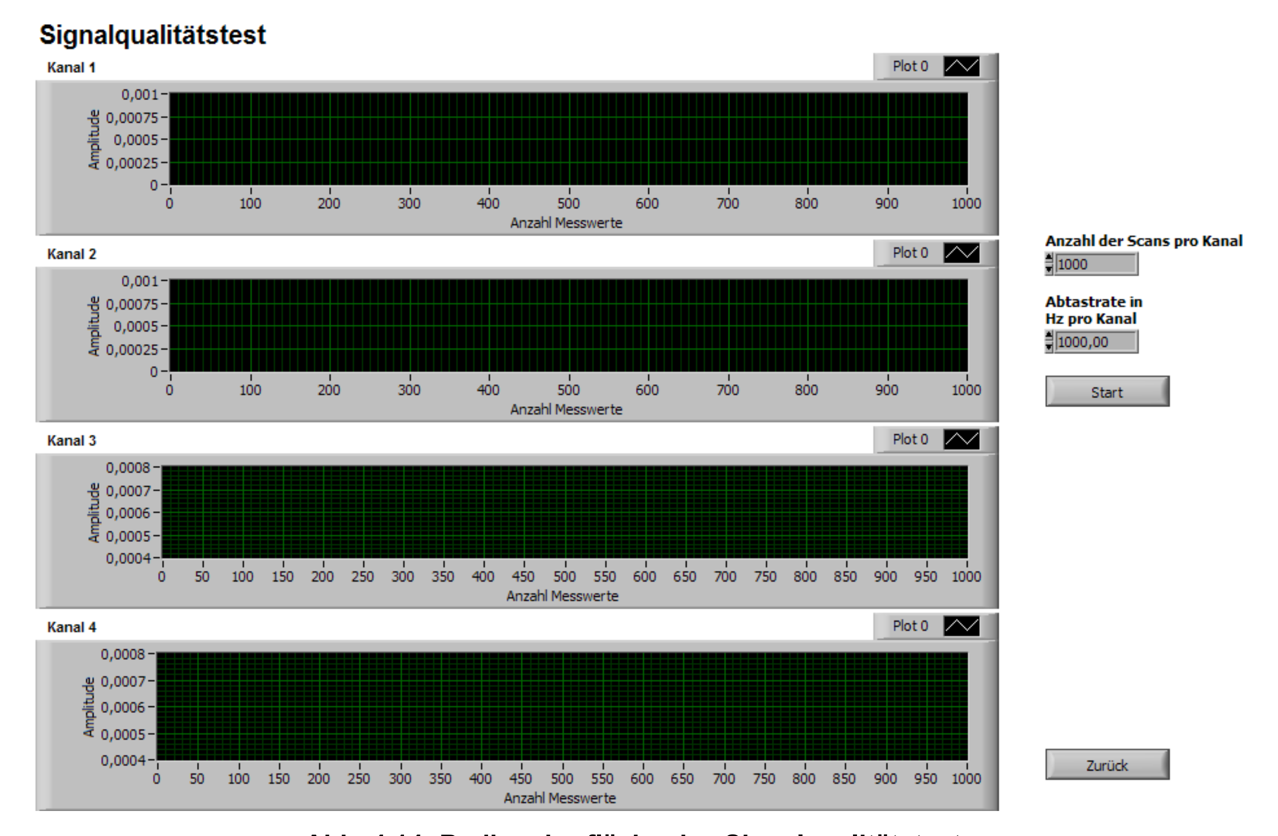


Abb. 4.14: Bedienoberfläche des Signalqualitätstests

Hier kann der Untersucher eine Abtastrate und die Anzahl der Scans pro Kanal angeben. Nach Drücken des Knopfes „Start“ erscheint der Verlauf des Sensorausgangssignals in den Diagrammen. Anhand der Graphen kann nun auf eventuelle Störungen geschlussfolgert werden und diese können beseitigt werden, um die Messergebnisse nicht zu verfälschen. Durch einen Klick auf „Zurück“ gelangt man wieder zum Einstellungsmenü.

Möchte der Nutzer des Programms die in Tabelle 4.6 angegebenen Vorbelegungen der Variablen ändern, muss der Knopf „Untermenü“ gedrückt werden. Daraufhin öffnet sich ein Dialogfenster das den Nutzer auffordert ein Passwort einzugeben (Abb. 4.15).

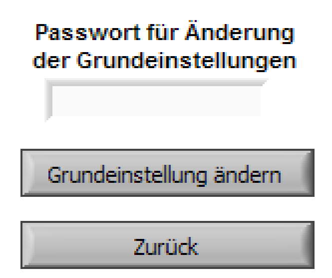


Abb. 4.15: Dialogfenster Passworteingabe für Untermenüaufruf

Eine Änderung der Variablenbelegung sollte nur erfahrenen Nutzern vorbehalten sein, die in der Lage sind die berechneten Sensorkennwerte in Abhängigkeit der vorgenommen Änderungen richtig interpretieren zu können. Aus diesem Grund ist das Untermenü passwortgeschützt. Wenn das Passwort richtig eingegeben wurde und der Knopf „Grundeinstellung ändern“ betätigt wird, startet das Teilprogramm „Untermenü.vi“ und es öffnet sich die Bedienoberfläche des Untermenüs (Abb. 4.16).

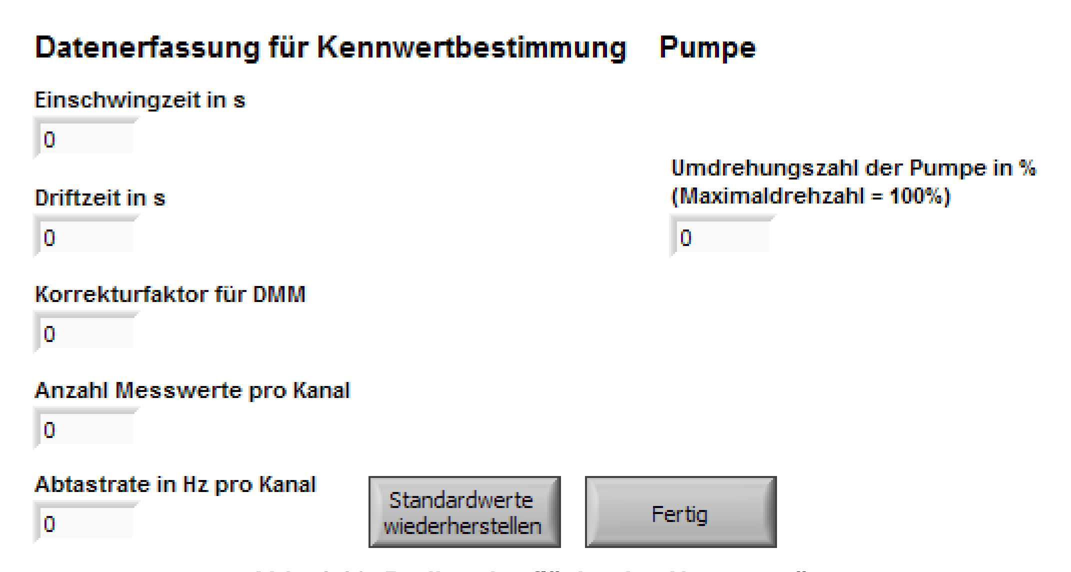


Abb. 4.16: Bedienoberfläche des Untermenüs

Im Untermenü können nun die gewünschten Änderungen vorgenommen werden, wobei die Standardwerte jederzeit wiederhergestellt werden können. Wird der Knopf „Fertig“ gedrückt, werden die neuen Werte übernommen und der Nutzer gelangt wieder in das Einstellungsmenü.

Spezielle Bemerkungen zum Messablauf, den Umgebungsbedingungen oder zu den Sensoren können durch einen Klick auf „Bemerkungen“ in das sich öffnende

Dialogfenster eingetragen werden und erscheinen mit auf dem Messprotokoll (siehe 4.2.6.4).

Sind alle Einstellungen getätigt gelangt der Nutzer durch Drücken des Knopfes „Weiter“ in das Messmenü (siehe 4.2.6.3). Bevor allerdings das Teilprogramm „Messprogramm2.vi“ gestartet wird und sich die Bedienoberfläche des Messmenüs öffnet, startet das Teilprogramm „Fehlermeldung.vi“. Dieses hat die Aufgabe eine nicht korrekte Kombination von ausgewählten Sensorkennwerten, eingestellter Temperatur und Auswahl der Anzahl zu messender Lösungen (siehe Anhang D) mit einer Fehlermeldung zu melden und notwendige Einstellungen vom Nutzer abzufragen.

Danach wird – wenn eine Position für die zu begasende Lösung ausgewählt wurde – die Pumpe gestartet. Wenn nur eine Position für die Nulllösung ausgewählt wurde startet die Pumpe nicht. Im Anschluss daran startet das Teilprogramm „Messprogramm2.vi“ (siehe 4.2.6.4).

4.2.6.2 Die Messzyklen

Wie in Punkt 4.2.6.1 beschrieben ergeben sich im Einstellungsmenü insgesamt 93 mögliche Schalterstellungen und somit auch 93 mögliche Messabläufe. Da aber nicht alle durchführbar sind, fallen insgesamt 70 davon weg, die bei entsprechender Auswahl nach dem Start des Messprogramms (siehe 4.2.6.3) mit einer Fehlermeldung angezeigt werden. Somit bleiben 23 mögliche Messabläufe.

Um die Programmierung optimaler zu gestalten, und nicht jeden der 23 Messabläufe im Einzelnen zu programmieren, wurden die möglichen Messabläufe in 7 Messzyklen zusammengefasst (Tab. 4.7), die sich aus verschiedenen Grundzyklen zusammensetzen. Die Nummer der Messung bezieht sich auf den Anhang D. Kriterien für die Einteilung sind die Anzahl der anzufahrenden Lösungen, die Auswahl ob die Messung bei zwei Temperaturen erfolgen soll und die Auswahl des Driftkoeffizienten als zu bestimmender Sensorkennwert.

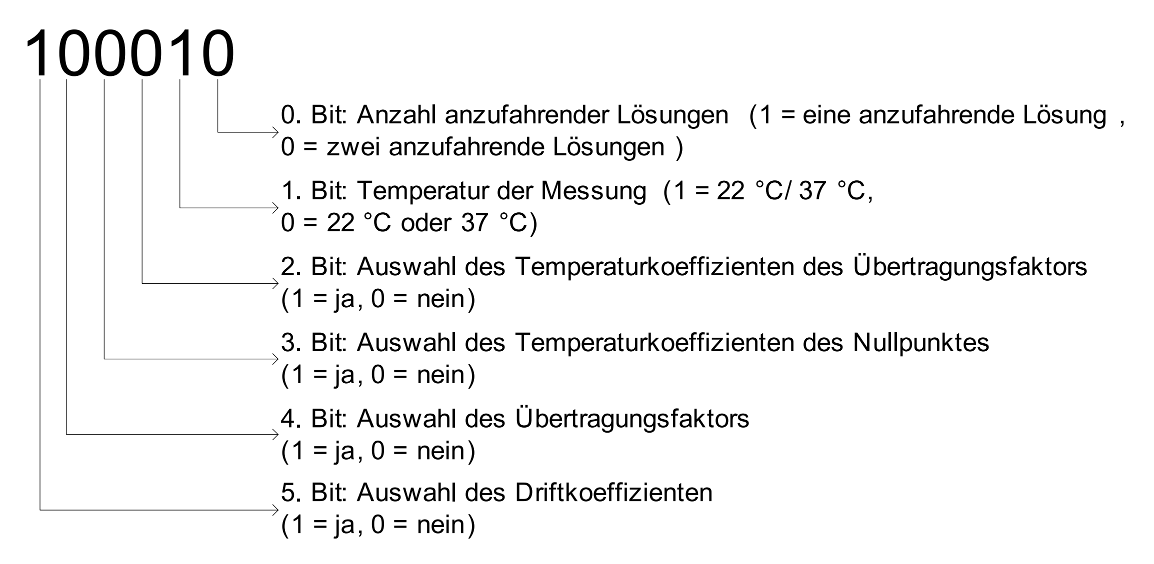


Abb. 4.17: Aufschlüsselung der Codierung für einzelne Messzyklen

Jede Messnummer wurde in einem 6-bit-Binärcode codiert da so zur Auswahl des Messzyklus nur Bitmuster miteinander verglichen werden müssen und nicht aufwendig jede Auswahl aus dem Einstellungsmenü einzeln abgefragt werden muss.

Soll der Driftkoeffizient in 2 Lösungen bei 2 Temperaturen berechnet werden, startet unabhängig von der Auswahl der anderen Kennwerte, Messzyklus 4 (Abb. 4.18). Nachfolgend wird die Nulllösung als Lösung 1 und die begaste Lösung als Lösung 2 bezeichnet.

Tabelle 4.7: Einteilung der einzelnen Messzyklen

Messzyklus	Nummer	Codierung	Bemerkung
1	4	100001	1 Position, 1 Temperatur
	5	100001	1 Position, 1 Temperatur
2	6	100011	1 Position, 2 Temperaturen
	36	101011	1 Position, 2 Temperaturen
3	7	100000	2 Positionen, 1 Temperatur
	8	100000	2 Positionen, 1 Temperatur
	31	110000	2 Positionen, 1 Temperatur
	32	110000	2 Positionen, 1 Temperatur
4	9	100010	2 Positionen, 2 Temperaturen
	33	110010	2 Positionen, 2 Temperaturen
	39	101010	2 Positionen, 2 Temperaturen
	45	100110	2 Positionen, 2 Temperaturen
	69	111010	2 Positionen, 2 Temperaturen
	75	110110	2 Positionen, 2 Temperaturen
	93	111110	2 Positionen, 2 Temperaturen
5	13	010000	2 Positionen, 1 Temperatur (ohne Drift)
	14	010000	2 Positionen, 1 Temperatur (ohne Drift)
6	15	010010	2 Positionen, 2 Temperaturen (ohne Drift)
	51	011010	2 Positionen, 2 Temperaturen (ohne Drift)
	57	010110	2 Positionen, 2 Temperaturen (ohne Drift)
	87	011110	2 Positionen, 2 Temperaturen (ohne Drift)
7	18	001011	1 Position, 2 Temperaturen (ohne Drift)
	21	001010	1 Position, 2 Temperaturen (ohne Drift)

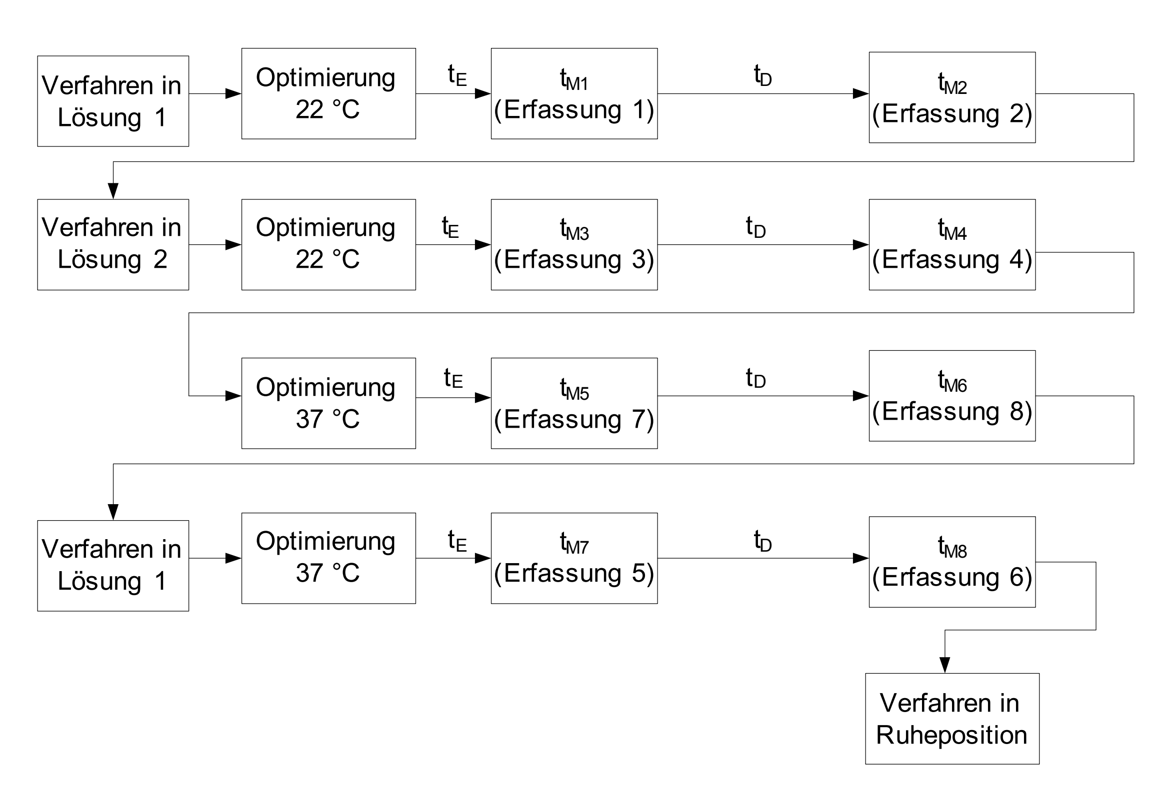


Abb. 4.18: Schematischer Ablauf Messzyklus 4 (Messung bei der der Driftkoeffizient in Nulllösung und begaster Lösung bei 22 °C und 37 °C gemessen werden soll).

Wird der Driftkoeffizient im Einstellungsmenü ausgewählt, muss der „Grundzyklus Drift“ durchfahren werden und das subVI „Grundzyklus Drift2.vi“ wird gestartet. Neben der Temperatur und der anzufahrenden Position muss dem Teilprogramm die Nummer der einzelnen Messwerterfassungen (Abb. 4.18) vorgegeben werden. Nach dem Verfahren in die entsprechende Lösung startet der Optimierungsvorgang je nach eingestellter Temperatur. Nach dem Verstreichen der Einschwingzeit t_E folgt die erste Messwerterfassung mit vorgegebener Abtastrate und Anzahl der Messwerte. Dieser Messwert wird in einer Variablen gespeichert. Während der Driftzeit t_D werden Temperaturverlauf und Sensorausgangsstrom mit dem Teilprogramm „Signalverlauf darstellen.vi“ erfasst (siehe 4.2.5) und im Messmenü (siehe 4.2.6.3) grafisch dargestellt. Nachdem die Driftzeit vergangen ist erfolgt wiederum eine Messwerterfassung mit dem Teilprogramm „DAQ auslesen.vi“ und diese Messwerte (bei 4 angeschlossenen Sensoren werden 4 Messwerte bestimmt) werden wiederum in einer Variablen gespeichert. Am Ende des Programms erfolgt die Berechnung des Driftkoeffizienten.

Wenn der Übertragungsfaktor im Einstellungsmenü ausgewählt wurde, startet das subVI (Unterprogramm) „Grundzyklus B2.vi“ und der Grundzyklus des

Übertragungsfaktors wird abgearbeitet. Nach dem Anfahren der ersten Position und nach dem Verstreichen der Einschwingzeit erfolgt die erste Messwerterfassung. Im Anschluss daran wird die zweite Position angefahren und nach der Einschwingzeit ebenfalls eine Messwerterfassung durchgeführt. Am Ende des Programms erfolgt die Berechnung des Übertragungsfaktors. Wurde der Driftkoeffizient bereits bestimmt, wird in dem Programm nur die Berechnung des Übertragungsfaktors durchgeführt, da in diesem Fall die Messwerterfassung bereits im „Grundzyklus Drift“ erfolgte.

Aus diesen beiden Grundzyklen können alle Messzyklen aufgebaut werden, außer der alleinigen Bestimmung des Temperaturkoeffizienten des Nullpunktes. Deshalb wurde für die Messung ein eigener Algorithmus entworfen, der in dem Teilprogramm „Grundzyklus Temp-Koeff Nullpunkt.vi“ umgesetzt ist. Zuerst wird die Nullposition angefahren und die Temperaturoptimierung für 22 °C wird gestartet. Nach dem Verstreichen der Einschwingzeit erfolgt eine Messwerterfassung. Im Anschluss daran wird die Nulllösung aus 37 °C aufgeheizt und eine weitere Messwerterfassung wird durchgeführt. Am Ende des Programms wird der Temperaturkoeffizient mit Hilfe des subVI’s „Temperaturkoeffizient.vi“, in dem der Algorithmus zur Berechnung des Temperaturkoeffizienten realisiert wurde, ermittelt.

4.2.6.3 Das Messmenü

Nach Drücken des Knopfes „Weiter“ im Einstellungsmenü öffnet sich die Bedienoberfläche des Messmenüs (Abb. 4.19). In dem ersten Diagramm wird nach dem Messstart der Verlauf des Sensorausgangsstroms dargestellt und der momentane Messwert wird in dem Display rechts daneben angezeigt. Im zweiten Diagramm wird die aktuelle Ist- und Solltemperatur angezeigt. Außerdem wird die Sauerstoffkonzentration in der Lösung in $\frac{mmol}{l}$ angezeigt. Die momentanen Messwerte werden ebenfalls im Display rechts neben der Grafik angezeigt.

Zu jedem beliebigen Zeitpunkt ist es möglich ein Protokoll zu speichern (siehe 4.2.6.4). Dieses enthält dann die zum Zeitpunkt der Speicherung bereits berechneten Kennwerte. Durch einen Klick auf „Anzeigen“ öffnet sich eine neue Bedienoberfläche und die bis dahin berechneten Kennwerte können eingesehen werden. Drückt man

den Knopf „Zurück“ schließt sich das Fenster und der Nutzer gelangt zurück ins Messmenü. Die Messung wird dabei nicht unterbrochen.

Messmenü

Abb. 4.19: Die Bedienoberfläche des Messmenüs

In den Variablen „D ja oder nein“, „B ja oder nein“ usw. ist die Auswahl aus dem Einstellungsmenü gespeichert. Bei den Variablen handelt es sich um den Datentyp „string“. Am Anfang des Programms wird abgeglichen welche Einstellungen vorgenommen wurden um das Bitmuster für die kommende Messung zu kreieren (Abb. 4.20). Dieses Bitmuster wird dann mit den Bitmustern aus Tabelle 4.7 verglichen und der entsprechende Messzyklus wird gestartet.

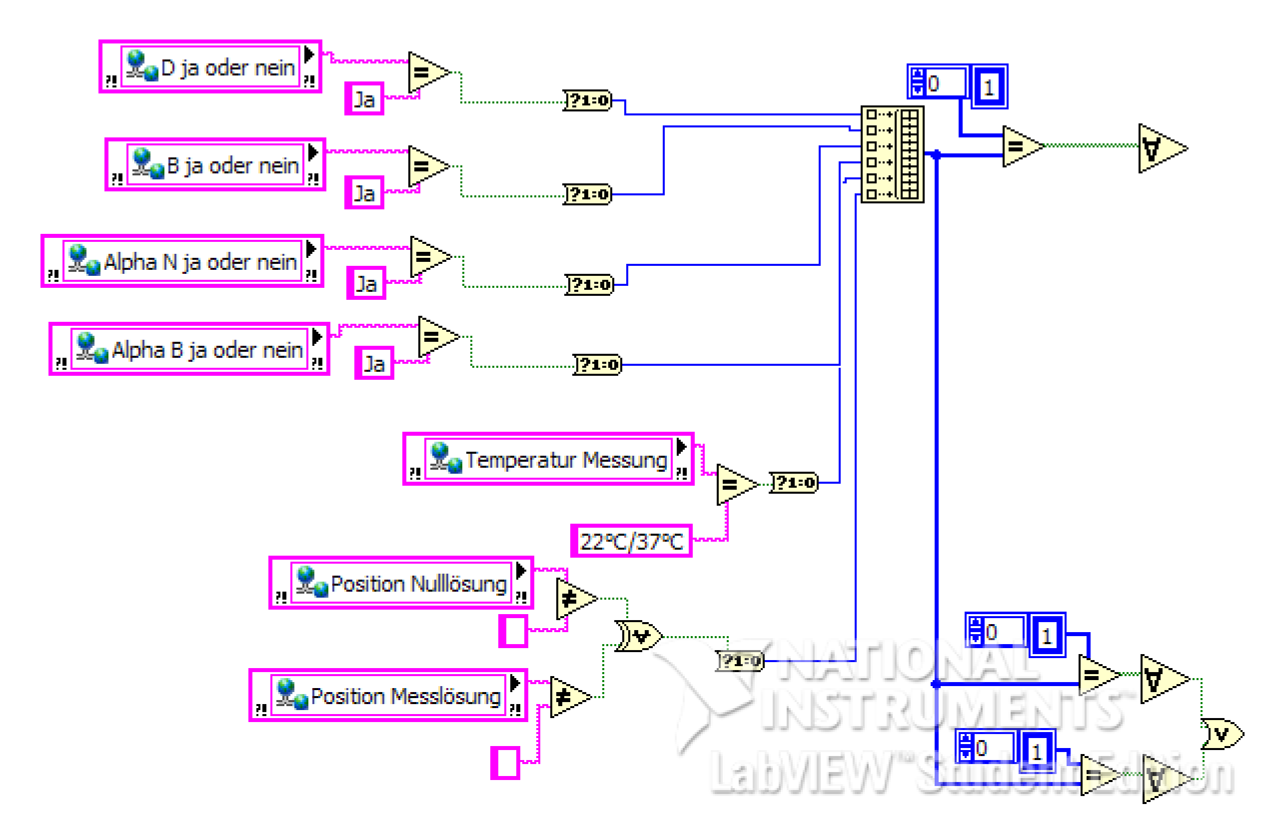


Abb. 4.20: Programmauszug "Messprogramm2.vi"

Nach Abschluss der Messung fährt der Sensorschlitten in die Ruheposition (Position 1) außerdem kann der Nutzer über „Drucken“ das Messprotokoll ausdrucken.

4.2.6.4 Die Dokumentation der Messung

Um die Messung zu dokumentieren und Messwerte zu speichern, ist es vorteilhaft ein Protokoll anzulegen. In der Bedienoberfläche des Messprogramms kann während der gesamten Messzeit der Knopf „Speichern“ gedrückt werden, um ein Messprotokoll mit den bis dahin ermittelten Kennwerten zu speichern. Nach Drücken des Knopfes wird das Unterprogramm „txt Datei.vi“ gestartet und es öffnet sich ein Dialogfenster in dem ein Pfad angegeben ist, der vom Benutzer auch geändert werden kann. Das Protokoll wird als .txt-Datei gespeichert. Der Dateiname setzt sich aus dem Sensornummer und der Hersteller zusammen (Abb. 4.21). Außerdem enthält jeder Dateiname noch einen Index, der zählt wie oft ein Protokoll dieses Sensors bereits gespeichert wurde.

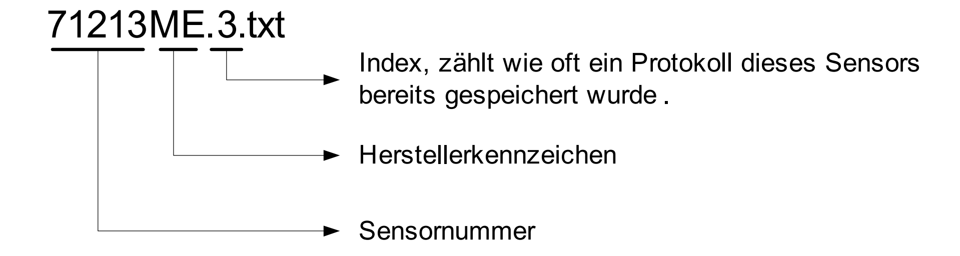


Abb. 4.21: Nomenklatur für die Dateibezeichnung der gespeicherten Sensorprotokolle

Für jeden angeschlossenen Sensor wird ein eigenes Protokoll erstellt das die im Einstellungsmenü eingegebenen Sensorinformationen sowie die berechneten Sensorkennwerte enthält. Außerdem enthält das Messprotokoll die gesamte Dokumentation des Messvorgangs. Dazu gehören zum Beispiel Aktionen, wie etwa das Verfahren des Schlittens und das Heizen des Thermostats. Außerdem enthält die Dokumentation alle Messwerte die mit dem subVI „Signalverlauf darstellen.vi“ aufgenommen wurden. Das heißt alle Temperatur- und Sensorausgangs-strommesswerte die im Messmenü in den Diagrammen zur Anzeige gebracht wurden. Diese Dokumentation während der gesamten Messung erfolgt durch das Teilprogramm „Bemerkungen Messablauf.vi“. Jeder Eintrag im Protokoll ist auch mit dem entsprechendem Zeitwert, der seit Messbeginn verstrichen ist, versehen. Sowohl im Messmenü als auch im Einstellungsmenü findet sich ein Knopf mit der Aufschrift „Bemerkungen“. Wird dieser gedrückt öffnet sich ein Dialogfenster in das der Benutzer zusätzliche Bemerkungen eintragen kann, die für die Messung relevant sein könnten. Diese Bemerkungen erscheinen ebenfalls auf dem Protokoll.

Am Ende des Messprogramms hat der Nutzer die Möglichkeit das Protokoll zu drucken. Wenn der entsprechende Knopf gedrückt wird, öffnet sich ein Dialogfenster in dem der Benutzer sich zwischen dem erweiterten Messprotokoll und dem Standardprotokoll entscheiden kann. Das erweiterte Messprotokoll beinhaltet die gesamte, oben beschriebene Textdatei. Das Standardmessprotokoll enthält nur die Sensorinformationen und die berechneten Sensorkennwerte.

4.2.6.5 Sicherheitskonzept

Bei der Realisierung eines Messplatzes ist es wichtig gegen mögliche Fehlfunktionen der Hardware, die zu einem kritischen Fehler führen können, entsprechende

softwareseitige Alarmmeldungen in das Messprogramm zu integrieren. Ein kritischer Fehler ist in diesem Sinne eine Fehlfunktion eines Gerätes oder ein Fehler in der Bedienung durch den Nutzer, der schlimmstenfalls zum Gerätedefekt führen kann. So eine Situation kann bei der Ansteuerung und beim Betrieb des Thermostats auftreten. Durch einen Übertragungsfehler kann eine hohe Temperatur am Thermostat eingestellt werden, wodurch das Thermostat permanent heizen würde. Die Kommunikation des Thermostats mit dem Rechner könnte zum Erliegen kommen und der Thermoblock könnte aufgrund der hohen Temperaturentwicklung anschmoren. Aus diesem Grund ist es von Bedeutung, die Ist-Temperatur permanent zu prüfen und gesetzt dem Falle die gemessene Temperatur verlässt einen Temperaturbereich, eine Fehlermeldung erscheint, die den Nutzer dazu auffordert das Thermostat abzuschalten (Abb. 4.22).

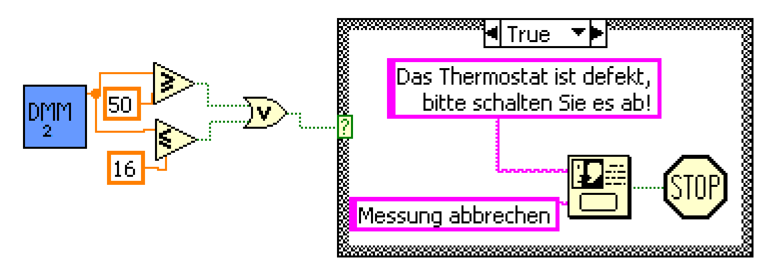


Abb. 4.22: Programmauszug "Signalverlauf darstellen.vi"

Die Ist-Temperatur wird mit der Temperaturmesseinrichtung (siehe 4.1.2) gemessen und mit der oberen Grenze (50 °C) und der unteren Grenze (16 °C) verglichen. Wird eine der beiden Grenzen überschritten erscheint die Aufforderung an den Nutzer das Thermostat auszuschalten.

4.3 Testuntersuchungen am Messplatz

4.3.1 Ermittlung der Förderrate der Pumpe

Um eine Lösung mit bekanntem Sauerstoffgehalt herzustellen, muss ein bestimmtes Luftvolumen pro Zeiteinheit in die Lösung eingebracht werden. Wird zu wenig begast besteht die Gefahr, dass die Sauerstoffkonzentration in der Lösung zu niedrig ist. In Abbildung 4.23 ist die Abhängigkeit der Förderrate in Abhängigkeit von der Umdrehungszahl zu sehen.

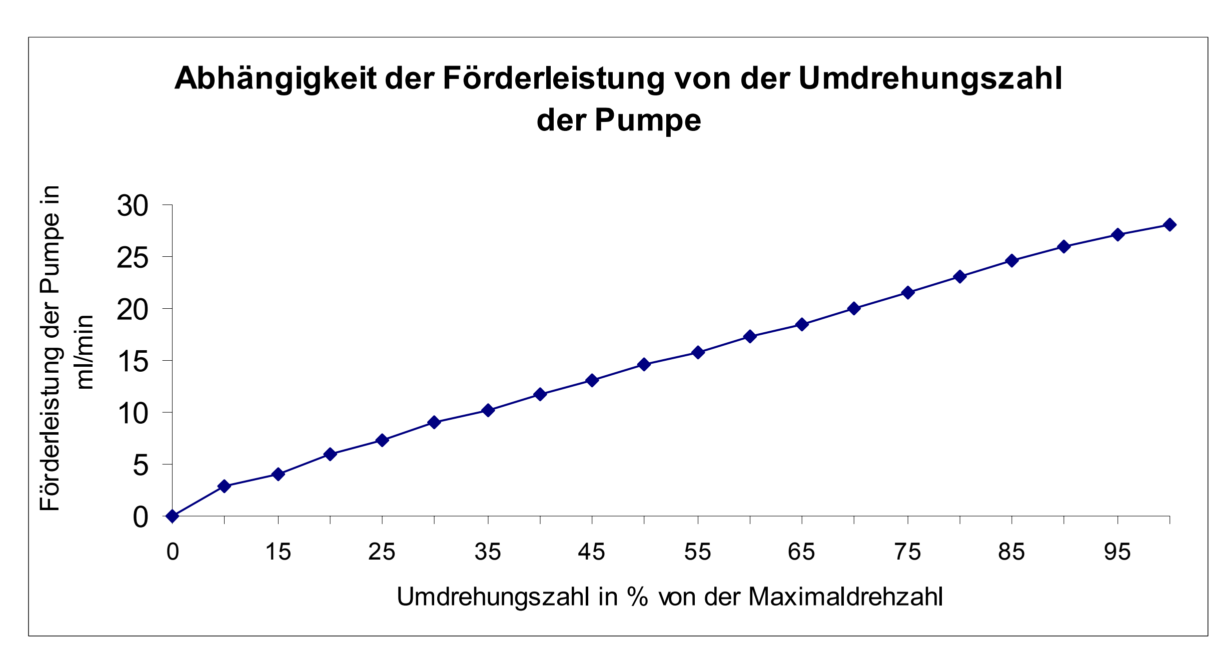


Abb. 4.23: Diagramm zur Abhängigkeit der Förderleistung von der Umdrehungszahl der Pumpe

Wie in Abbildung 4.23 zu sehen, besteht ein nahezu linearer Zusammenhang zwischen der Förderrate der Pumpe und der Umdrehungszahl. Die Frage nach welcher Zeit sich in der Lösung die gewünschte Sauerstoffkonzentration in Abhängigkeit von der Förderrate einstellt konnte in diesem Zusammenhang ohne eine Gasdosierungseinrichtung nicht untersucht werden.

4.3.2 Untersuchung der Wärmeableitung aus der Messlösung unter verschiedenen Bedingungen

4.3.2.1 Einbringen des Thermoelements in die Messlösung

Um die tatsächliche Ist-Temperatur der Messlösungen in den Reagenzgefäßen zu messen, kommt eine Temperaturmesseinrichtung zum Einsatz (siehe 4.1.2). Das Thermoelement befindet sich an Position 6.4 im Thermoblock und verfügt über eine Fixierungsmöglichkeit in Form eines Kunststoffrings. Wenn das Thermoelement in die Lösung eingetaucht wird, kann der Kunststoffring auf das Gefäß gesteckt werden, und die Messlösung mit dem Thermoelement ist somit abgeschlossen. Wird das Thermoelement von einer Messlösung in eine andere Messlösung getaucht, stellt sich kurz eine höhere Temperatur ein, die danach abfällt und sich asymptotisch einem Grenzwert nähert. Dabei stellt die rote Linie die Soll-Temperatur von 37 °C dar und der schwarze Graph entspricht der Ist-Temperatur. Außerdem markieren die

grüne und die blaue Linie die Ober- und Untergrenze des vorgegebenen Toleranzbereiches (siehe 4.1.6). Dieser Bereich wurde als Toleranzbereich für die Ist-Temperatur festgelegt (Abb. 4.24).

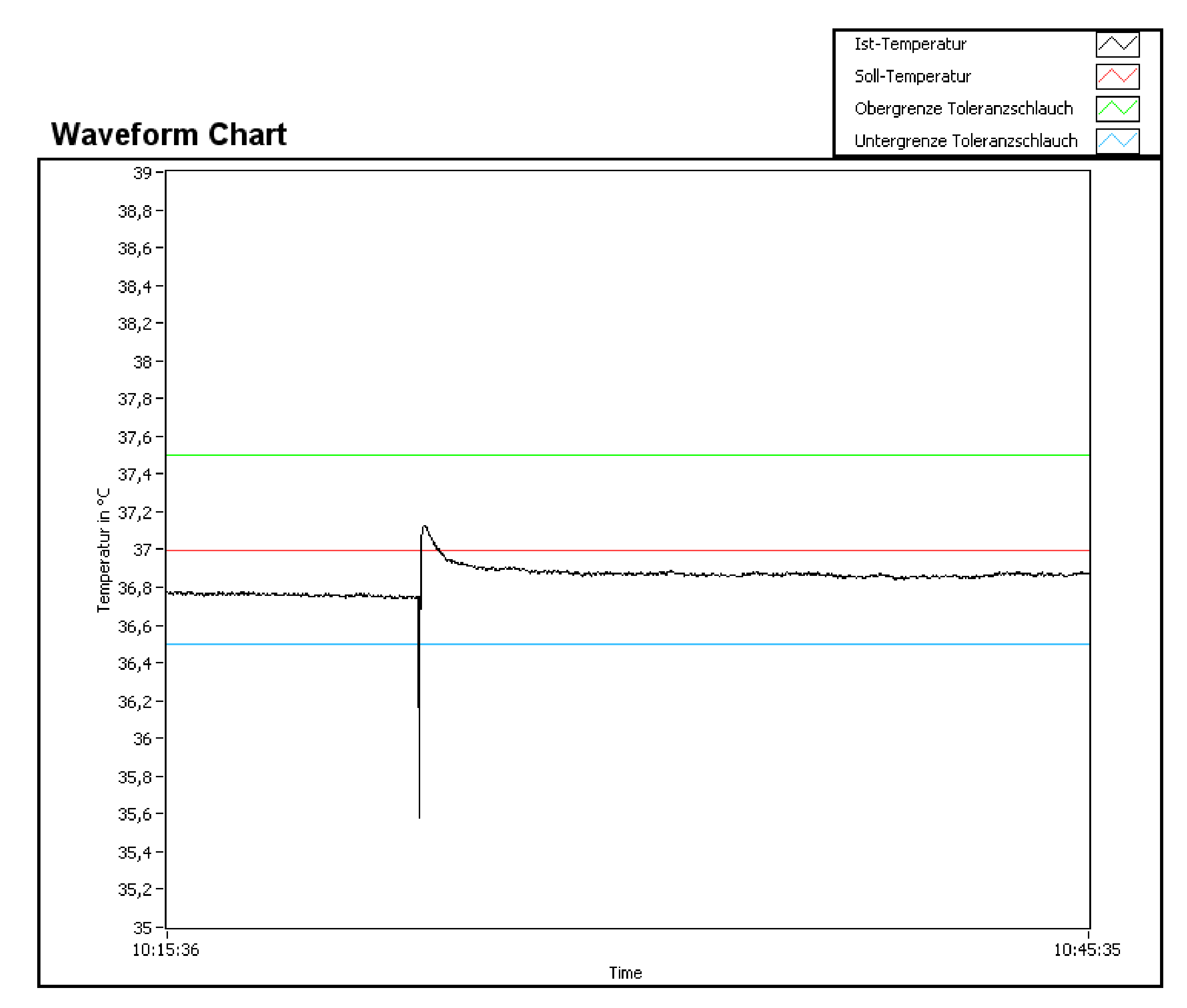


Abb. 4.24: Temperaturverlauf beim Umsetzen des Thermoelements zwischen 2 Reagenzgefäßen des Thermoblocks bei einer Soll-Temperatur von 37 °C.

Es stellt sich nun die Frage, ob das Thermoelement beim Eintauchen in eine 37 °C warme Messlösung zur Abkühlung der Lösung führt. Die Wärme die einer Substanz zu- oder abgeführt wird, berechnet sich wie folgt:

$$\Delta Q = c \cdot m \cdot \Delta T \qquad (4.3.1)$$

ΔQ = Wärmemenge

c = spezifische Wärmekapazität

m = Masse

ΔT = Temperaturänderung

Gleichung 4.3.1 besitzt allerdings nur in abgeschlossenen Systemen Gültigkeit. Das heißt es erfolgt kein Energieaustausch mit der Umgebung. Dies ist allerdings bei einem Reagenzgefäß im Thermoblock auf dem Thermostat nicht gegeben, da durch die Heizplatte ständig Wärme nachgeführt wird und die Messlösung nicht nur an das Thermoelement Wärme abgibt, sondern auch an das Reagenzgefäß und somit auch den Thermoblock. Außerdem wird per Wärmeleitung Wärmeenergie von der Spitze des Thermoelements an den Rest weitergeleitet und abgeführt.

Während der Testmessungen stellte sich heraus, dass die vom Thermoelement gemessene Ist-Temperatur auch von der Befestigung des Thermoelements an dem Reagenzgefäß abhängig ist. Wie bereits beschrieben besitzt das Thermoelement eine Fixierungsmöglichkeit in Form eines Kunststoffrings der auf das jeweilige Reagenzgefäß aufgesteckt werden kann und das Gefäß verschließt. Sollen nun aber weitere Testmessungen mit dem Thermoelement, mit zum Beispiel einem Sensor in einem Reagenzgefäß (siehe 4.3.3.2) gemacht werden, ist es notwendig die Fixierung zu lösen und das Thermoelement leicht anzukippen. Der Temperaturverlauf bei Fixierung des Thermoelements und dem darauf folgenden Ankippen ist in Abbildung 4.25 dargestellt.

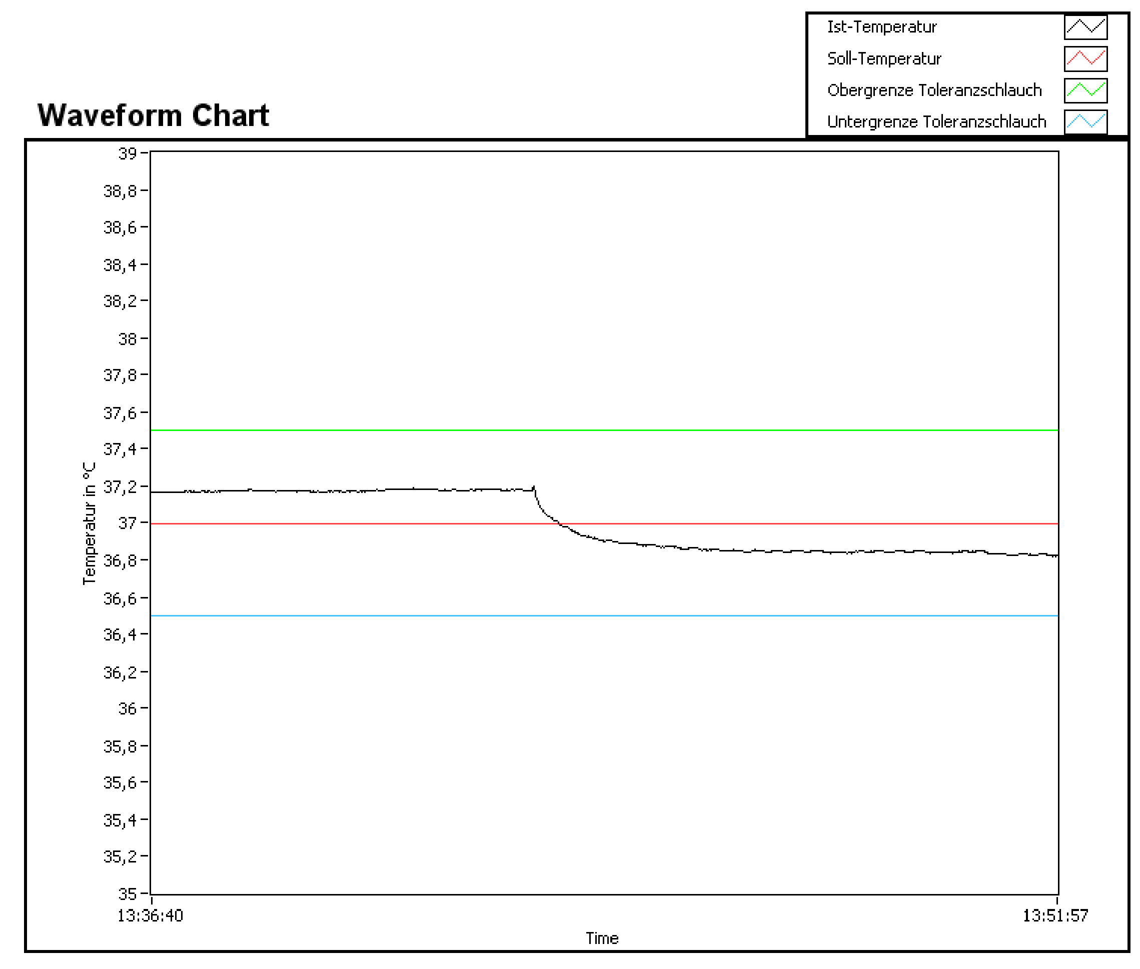


Abb. 4.25: Temperaturverlauf bei einer Soll-Temperatur von 37 °C, wenn Thermoelement zuerst fest in der Lösung fixiert und dann angekippt wird

Der Grafik ist zu entnehmen, dass die Temperaturdifferenz zwischen fixiertem Thermoelement und dem angekippten Thermoelement ca. 0,4 K beträgt. Eine genaue Aussage über die Ursache dieser Temperaturschwankung ist nicht möglich. Da der Temperatursprung allerdings die Charakteristik einer fallenden Exponentialkurve zeigt, ist davon auszugehen, das nach dem Ankippen des Thermoelements mit der Zeit Wärme von der Messlösung an die direkt darüber befindliche Luft abgegeben wird und die Lösung sich deshalb langsam abkühlt. Dies ist bei fixiertem Thermoelement nicht der Fall, da das Reagenzgefäß nahezu luftdicht verschlossen wird. Die Konsequenz daraus ist, dass bei einer Messung mit Sensoren das Thermoelement angekippt werden muss, um eine möglichst exakte Aussage über die Ist-Temperatur in den anderen Lösungen zu erhalten, da diese auch nicht abgeschlossen sind.

4.3.2.2 Einbringen des Sauerstoffsensors in die Messlösung

Wenn zusätzlich zum Thermoelement noch ein Sauerstoffsensor in die Lösung getaucht wird, stellt sich der folgende Temperaturverlauf ein (Abb. 4.26).

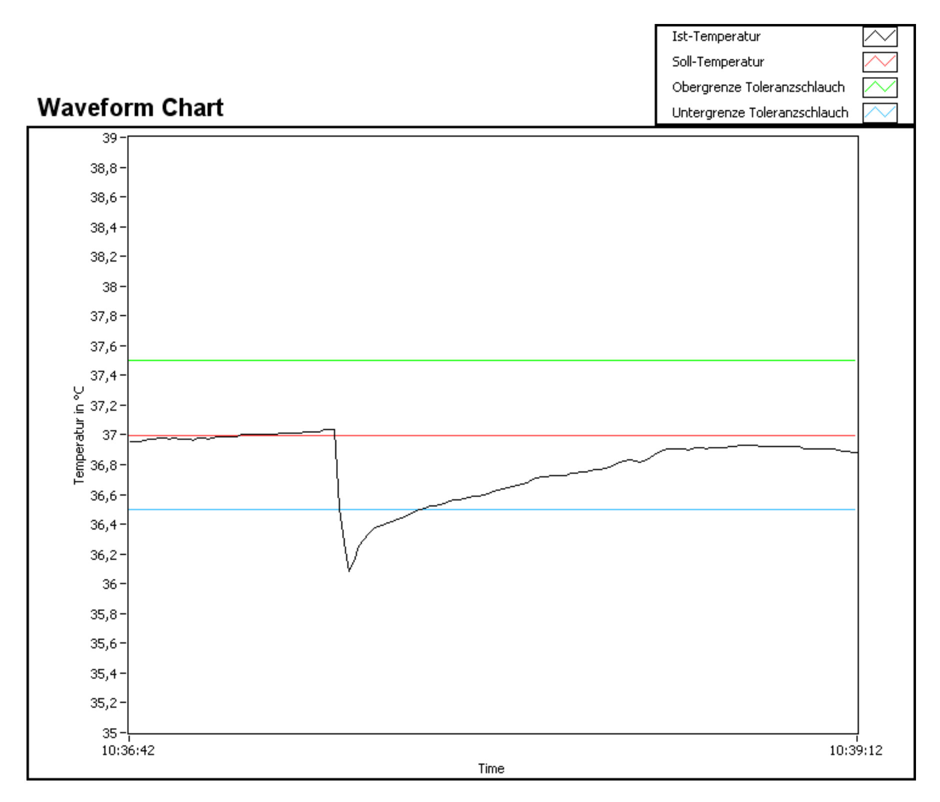


Abb. 4.26: Temperaturverlauf nach Eintauchen eines Sauerstoffsensors bei einer Soll-Temperatur von 37 °C

Der Temperaturverlauf der Messlösung in Abbildung 4.26 zeigt einen Temperaturabfall sobald der Sensor eintaucht. Allmählich steigt die Temperatur allerdings wieder an und erreicht den Toleranzschlauch. Danach steigt die Temperatur und pendelt sich bei 36,8 °C ein. Eine Erklärung dafür ist in der Erwärmung des Sensors zu sehen. Dieser besitzt Zimmertemperatur und taucht in die 37 °C warme Lösung. Aufgrund dessen erwärmt sich die Sensorspitze und entzieht der Lösung die Wärmeenergie ΔQ. Dieser Effekt beeinflusst die Messung und die Bestimmung der Sensorkennwerte nicht, da die verursachte Temperaturabweichung der Messlösung innerhalb der Einschwingzeit ausgeglichen wird.

4.3.2.3 Einleitung von Luft in die Messlösung

Um eine Messlösung mit einer bekannten Sauerstoffkonzentration herzustellen muss eine Begasung der Lösung mit Luftsauerstoff erfolgen. Da mit dem ALMEMO-Handgerät (siehe 4.1.4) der Luftsauerstoffgehalt und der Luftdruck bestimmt werden, kann der Sauerstoffpartialdruck berechnet werden. Über das Henry-Dalton-Gesetz (Gleichung 2.1) kann daraus die Sauerstoffkonzentration der Messlösung ermittelt werden. Bei der Auswahl der entsprechenden Drehzahl der Pumpe und somit auch der Fördermenge an Luft, sind mehrere Aspekte zu beachten. Einerseits sollte die Begasung mit einer möglichst hohen Fördermenge erfolgen um die berechnete Konzentration von Sauerstoff in der Lösung herzustellen, andererseits darf bei einer Soll-Temperatur von 37 °C die Luft nicht zu einer zu starken Abkühlung der Messlösung führen, da die Luft Zimmertemperatur besitzt. Außerdem darf die Luft im Gefäß durch den Zustrom an Luft nicht zu schnell verdunsten und das Sensorausgangssignal darf durch die Begasung nicht beeinträchtigt werden. Um diese Aspekte zu untersuchen und die am besten geeignete Umdrehungszahl herauszufinden wurden mehrere Testmessungen, die im Folgenden erläutert werden, durchgeführt.

In Abbildung 4.27 ist die Änderung der Temperatur der Messlösung nach dem Zuschalten der Pumpe mit einer Umdrehungszahl von 90 % der Maximaldrehzahl, was einer Umdrehungszahl von $40{,}5\,\frac{U}{\min}$ entspricht, grafisch dargestellt.

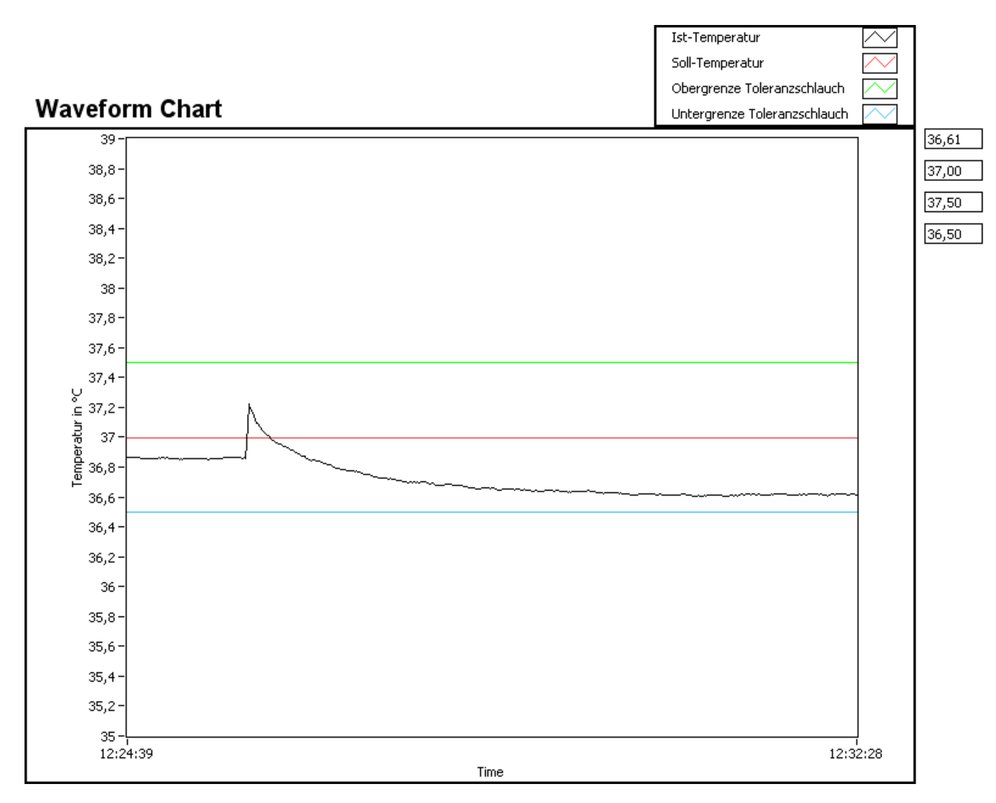


Abb. 4.27: Temperaturverlauf vor und während der Begasung mit Umgebungsluft bei einer Umdrehungszahl von 90 % der Maximaldrehzahl

Zu Beginn der Messung war die Pumpe noch nicht zugeschaltet und die Temperatur der Messlösung betrug 36,86 °C. Nach dem Beginn der Begasung mit 25,2 °C warmer Umgebungsluft ist ein kurzzeitiges Ansteigen der Temperatur erkennbar (Abb. 4.27). Danach sinkt die Temperatur ab und erreicht anschließend ein Plateau bei 36,61 °C. Die Differenz zwischen diesem Plateau und der Temperatur der Messlösung ohne Begasung beträgt somit -0,24 K und ist Abhängig von der Umdrehungszahl der Pumpe und somit von der Pumpe (Abb. 4.23). Bei Umdrehungszahlen unterhalb 45 % der Maximaldrehzahl wird die Messlösung durch die Begasung nicht mehr abgekühlt.

Anhand der gewonnenen Messergebnisse erscheint die Umdrehungszahl von 45 % der Maximaldrehzahl als am besten geeignet um eine Begasung der Messlösung vorzunehmen, da bei der dieser Umdrehungszahl keine Temperaturdifferenz zwischen der Temperatur der Messlösung ohne Begasung und der Temperatur der Lösung mit Begasung festzustellen ist.

Somit erweist sich eine Umdrehungszahl von 45 % der Maximaldrehzahl $(20{,}25\,\frac{U}{\min})$, was einer Fördermenge von 13,054 $\frac{ml}{\min}$ entspricht, als am besten für

den Messplatz geeignet. Bei dieser Drehzahl entspricht die Temperatur der unbegasten Lösung gleich der Temperatur der begasten Lösung.

4.3.3 Testmessung an 2 Sauerstoffsensoren und des Messplatzes

Im Folgenden sollen die berechneten Kennwerte genannt und diskutiert werden. Dazu befindet sich ein Auszug des erweiterten Protokolls das als „.txt“-Datei abgespeichert ist und die berechneten Kennwerte beinhaltet, im Anhang C.

Grundlage für die Kennwertberechnung sind die einzelnen Erfassungen 1-8. Diese werden standardmäßig aus 100 Messwerten bei einer Abtastrate von 500 Hz berechnet in dem der Mittelwert der 100 Messwerte gebildet wird. Dazu gibt es bei LabVIEW die Funktion „MEAN.vi“ deren Funktion bereits per Handrechnung geprüft wurde. Im schematischen Ablauf des Maximalprogramms (Abb. 4.17) erkennt man, dass die Erfassungen 5 und 6 erst nach den Erfassungen 7 und 8 erfolgen. Dies ist lediglich eine Zuordnungsfrage im Programm, da während der Programmierung festgelegt wurde, dass die Erfassungen 5 und 6 den Mittelwert der Messwerte in Nulllösung bei einer Soll-Temperatur von 37 °C erhalten. Da im Maximalprogramm als letztes bei 37 °C in der Nulllösung gemessen wird, stehen Erfassung 5 und 6 auch am Ende des Zyklus. Ausgehend von den einzelnen Mittelwerten der Messreihen die in den Erfassungen gespeichert sind und im Protokoll unter „Mittelwerte der einzelnen Messreihen“ zu finden sind, folgt nun die Berechnung der einzelnen Kennwerte.

Der Driftkoeffizient

Nach einer Zeit von einer Stunde vergrößert sich der Sensorausgangsstrom um maximal 0,78 pA bei gleich bleibendem Eingangssignal.

Wenn der Übertragungsfaktor bekannt ist, kann der Driftkoeffizient auch in Einheiten der Messgröße angegeben werden, denn nur mit dem Übertragungsfaktor kann dem Sensorausgangsstrom auch die entsprechende Messgröße zugeordnet werden.

Bei einer Messzeit von 1 Stunde entsteht somit ein Messfehler von 0,01 kPa. Da die Messgröße allerdings als konstant vorausgesetzt wird, ist der Driftkoeffizient ein Fehlerkennwert, der den Messfehler, der nach einer bestimmten Messzeit entsteht, angibt.

Der Fehler bei der Messung des Sensorausgangsstroms über der Zeit entspräche somit einer Vergrößerung der Sauerstoffkonzentration von $1{,}145 \cdot 10^{-4}\ \frac{mmol}{l}$.

Der Sensorausgangsstrom ändert seinen Wert bei 22 °C in der Nulllösung somit um $0{,}78\ \frac{pA}{h}$ bei konstantem Eingangssignal und bei 22 °C in begaster Lösung um $-23{,}68\ \frac{pA}{h}$. In der Nulllösung ist die Drift somit sehr gering im Gegensatz zur begasten Lösung. Das negative Vorzeichen bedeutet, dass das Sensorausgangssignal kleiner wird, wenn die Eingangsgröße konstant ist.

Im Protokoll ergibt sich ein Driftkoeffizient von $1{,}51\ \frac{pA}{h}$. Vergleicht man diesen Wert mit dem Driftkoeffizient bei 22 °C in Nulllösung ist festzustellen, dass nicht nur der Driftkoeffizient bei 37 °C etwas größer ist, sondern auch die gemessenen Nullströme. Das heißt der Nullstrom des Sensors hat sich bei steigender Temperatur ebenfalls erhöht, da der Diffusionsgrenzstrom temperaturabhängig ist (siehe 2.2.1).

Der Driftkoeffizient der begasten Lösung bei 37 °C ist ebenfalls größer als der Driftkoeffizient bei 22 °C. Wenn man den Driftkoeffizient durch den Übertragungsfaktor kann der Driftkoeffizient in Einheiten der Messgröße dargestellt werden.

Der Übertragungsfaktor

Bei einer Änderung des Sauerstoffpartialdrucks von 1 kPa über der Lösung ändert sich der Sensorausgangsstrom um 92,48 pA. Für die Berechnung des Übertragungsfaktors werden die letzte Erfassung in der Nulllösung (Erfassung 2) und

die erste Erfassung in der begasten Lösung (Erfassung 3) herangezogen, um einen möglichst identischen Luftdruck und Sauerstoffgehalt in der Luft zu gewährleisten.

Wie zu erwarten liegt der Übertragungsfaktor bei 37 °C aufgrund der Temperaturabhängigkeit des Diffusionsgrenzstromes etwas höher als bei 22 °C. Weiterhin kann der Übertragungsfaktor auch in Abhängigkeit von der Sauerstoffkonzentration in der Lösung angegeben werden:

Dieser Wert mutet anfangs sehr groß an, entspricht aber den realen Gegebenheiten wenn man bedenkt, dass bei einer Messung in der begasten Lösung bei 22 °C, das Sensorausgangssignal, bei einer Konzentration von ca. $0{,}24\frac{mmol}{l}$, ungefähr 1600 pA beträgt. Ein Konzentrationsunterschied von $1\frac{mmol}{l}$ ist etwa das 4-fache, somit kommt man in der Überschlagsrechnung auch auf den Übertragungsfaktor der berechnet wurde.

Das heißt der Sensorausgangsstrom des Sensors mit der Nummer 83463 erfährt bei einer Änderung der Sauerstoffkonzentration um $1\frac{mmol}{l}$ eine Änderung von 12956,48 pA. Das der Übertragungsfaktor bei 37 °C größer als bei 22 °C ist, hat mehrere Gründe. Einerseits die Temperaturabhängigkeit des Diffusionsgrenzstroms. Dieser wird mit zunehmender Temperatur größer, da sich einerseits die Ionenbeweglichkeit erhöht, was den Stofftransport im Elektrolyten unterstützt und andererseits die Poren der Membran vergrößern und somit mehr Sauerstoffmoleküle in die Messkammer gelangen können. Weiterhin wird die Reaktionsgeschwindigkeit der Reaktionen an den Elektroden durch die Temperatur beeinflusst.

<u>Der Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors</u>

Der Temperaturkoeffizient des Übertragungsfaktors ist nur auf den Sensor bezogen. In diesem Beispiel ändert sich der Sensorausgangsstrom bei gleich bleibender Sauerstoffkonzentration in der Lösung um 409,52 pA, bei einer Temperaturänderung von einem Kelvin. Die Änderung des Wasserdampfdruckes und der Sauerstoffkonzentration in der Lösung bei einer Temperaturänderung werden in

diesem Sensorkennwert nicht berücksichtigt. Der Kennwert beschreibt das Verhalten des Sensors bei einer Temperaturänderung von einem Kelvin.

Der Temperaturkoeffizient des Nullpunktes

Der Nullstrom ändert sich bei einer Temperaturänderung von einem Kelvin um 0,104 pA.

4.3.4 Weitere Testmessungen

Die Begasung der Lösung könnte das Sensorsignal beeinflussen, da der Diffusionsgrenzstrom von dem Diffusionskoeffizienten abhängig ist (siehe 2.2.1). Wird nun Sauerstoff in die Lösung eingebracht, ist es möglich, dass die Diffusion von Sauerstoff durch die Membran durch die Umströmung mit Luft begünstigt wird. Um eine Auswirkung der Begasung auf das Sensorausgangssignal zu untersuchen, wurde der Sensorausgangsstrom mit und ohne Begasung gemessen. Dabei war keinerlei Abweichung festzustellen, egal mit welcher Umdrehungszahl die Lösung begast wurde. Die Diffusionsrate durch die sauerstoffpermeable Membran wird somit nicht erhöht und es gelangt nicht mehr Sauerstoff zur Arbeitselektrode.

Es wurden zwei Gefäße mit je 2 ml destilliertem Wasser gefüllt und bei einer Ist-Temperatur von 36,9 °C ca. 5 Stunden bei maximaler Umdrehungszahl begast, um herauszufinden, wie viel Volumen der Flüssigkeit in dieser Zeit verdunstet. Es konnte mit bloßem Auge allerdings kein Flüssigkeitsverlust festgestellt werden.

Außerdem wurde bei einer Stell-Temperatur von 37 °C an allen 24 verschiedenen Positionen in den Lösungen die Temperatur gemessen. Dabei stellte sich heraus, dass es keine nennenswerten Unterschiede der Ist-Temperatur in den einzelnen Lösungen gibt.

5. Schlussfolgerung

Zusammenfassend kann gesagt werden dass die Aufgabe der „Aufbau eines computergestützten Messplatzes zur Kennwertbestimmung von p_{O2}-Sensoren zur Anwendung in der Vitalmikroskopie“ erfüllt wurde. Ausgehend von den theoretischen Grundlagen, wurden zunächst ausgewählte, für die Anwendung der Sensoren wichtige, Kennwerte für Sauerstoffsensoren definiert. Darauf aufbauend konnten entsprechende Messregimes und zugehörige Messbedingungen für die Ermittlung der Sensorkennwerte und die Komponenten des Messplatzes festgelegt werden. Die auf der Basis von LabVIEW erarbeitete Software ermöglicht die Messung und Bedienung des gesamten Messplatzes. Für die Erzeugung einer Lösung mit definierter Sauerstoffkonzentration, wird im Messplatz der Sauerstoffgehalt der Luft benutzt, in dem die Lösung mit Luft begast wird. Es ist somit möglich p_{O2}-Sensoren in die Sensorhalterung einzuspannen und das Programm zu starten, das voll automatisiert (bis auf Befüllen der Reagenzgefäße mit Nulllösung und destilliertem Wasser) die gewünschten Sensorkennwerte des Sauerstoffsensors ermittelt. Die gesamte Messung und die Kennwerte werden in einer Text-Datei dokumentiert und abgespeichert. Auf Wunsch kann auch ein Protokoll ausgedruckt werden. Aufgrund der Tatsache, dass am Messplatz in kleinen Flüssigkeitsvolumina gemessen wird, werden Zusatzuntersuchungen zur möglichen Wärmeableitung und nachfolgender Temperaturverfälschung in den Reagenzgefäßen realisiert. Diese Untersuchungen lassen die Schlussfolgerung zu, dass diesbezüglich keine Beeinträchtigung zu verzeichnen ist.

Um besser abschätzen zu können wie lange die Pumpe bei einer Umdrehungszahl von 45 % der Maximaldrehzahl laufen muss um die gewünschte Sauerstoffkonzentration in der Lösung zu erzielen, wäre es sinnvoll einige Untersuchungen mit einem Gasdosierungsgerät vorzunehmen. Dieses müsste in der Lage sein Sauerstoff und Stickstoff in bestimmten Anteilen zu einem Gasgemisch zu vermischen. Somit könnte eine Messlösung erst nur mit Stickstoff begast werden um eine Lösung mit einer Sauerstoffkonzentration von nahe 0 herzustellen, da sich dann Stickstoff im Wasser löst. Anschließend kann ein Sensor hineingetaucht werden und ein Gasgemisch, bestehend aus z.B. 20 % Sauerstoff und 80 % Stickstoff, wird der Lösung zugeführt. Wird nun die zu erwartende Sauerstoffkonzentration der Lösung

(oder der Sauerstoffpartialdruck des Gases) bestimmt kann das zu erwartende Sensorsignal mit Hilfe des Übertragungsfaktors ermittelt werden. Die Zeit bis zum Erreichen der gewünschten Sauerstoffkonzentration in der Lösung kann so bestimmt werden und es kann eine Aussage darüber getroffen werden, wie lange die Pumpe bei einer bestimmten Umdrehungszahl laufen sollte, um eine bekannte Sauerstoffkonzentration in der Messlösung zu erzielen.

Das Gasdosierungsgerät kann dazu dienen Messlösungen mit anderen Sauerstoffkonzentrationen herzustellen als sie bei diesem Messplatz verwendet werden. Die Sensoren könnten somit auch in anderen Lösungen verschiedenster Konzentrationen getestet werden.

Anhang

A) Auszug aus Befehlsliste Eppendorf ThermoStat 5352

Kommando	Code	Bedeutung	Vers
SET_NOM_TEMP	10	**Setzen der Solltemperatur im Normalmode** Parameter: Temperatur in °C Wertebereich: -5 bis 99 Beispiel: *SET_NOM_TEMP -2 setzt Solltemperatur auf -2°C*	
SET_NOM_TEMP1	11	**Setzen der Solltemperatur der Phase 1 im Programm - Mode** Parameter: Temperatur in °C Wertebereich: -5 bis 99 Beispiel: *SET_NOM_TEMP1 10 setzt die Solltemperatur der Phase 1 auf 10°C*	
SET_NOM_TEMP2	12	**Setzen der Solltemperatur der Phase 2 im Programm - Mode** Parameter: Temperatur in °C Wertebereich: -5 bis 99 Beispiel: *SET_NOM_TEMP2 50 setzt die Solltemperatur der Phase 2 auf 50°C*	
SET_NOM_TEMP3	13	**Setzen der Solltemperatur der Phase 3 im Programm - Mode** Parameter: Temperatur in °C Wertebereich: -5 bis 99 Beispiel: *SET_NOM_TEMP3 65 setzt die Solltemperatur der Phase 3 auf 65°C*	
SET_NOM_TEMP4	14	**Setzen der Solltemperatur der Phase 4 im Programm - Mode** Parameter: Temperatur in °C Wertebereich: -5 bis 99 Beispiel: *SET_NOM_TEMP4 95 setzt die Solltemperatur der Phase 4 auf 95°C*	

B) Auszug aus Befehlsliste der IPC von Ismatec

	Antrieb steuern Controlling the drive / Commande du moteur		
H	IPC starten (Antwort (-) unter Befehl G, wenn Fehleranzeige) Start IPC (Response (-) under command G, in case of error message) Lancer IPC (réponse (-) sous commande G en cas de message d'erreur)	1H13	* (–)
I	IPC stoppen Stop IPC Arrêt de IPC	1I13	*
J	Drehrichtung in Uhrzeigerrichtung setzen Set revolution in clockwise direction Définir le sens de rotation dans le sens des aiguilles d'une montre	1J13	*
K	Drehrichtung in Gegenuhrzeigerrichtung setzen Set revolution in counter-clockwise direction Définir le sens de rotation dans le sens contraire à celui des aiguilles d'une montre	1K13	*
A	Bedienfeld in manuellen Betrieb setzen Switch control panel to manual operation Commuter le tableau de commande en mode manuel	1A13	*
B	Bedienfeld inaktiv setzen (Eingabe über Tasten nicht mehr möglich) Set control panel inactive (input via control keys is not possible) Commuter le tableau de commande en mode inactif (saisie impossible par le biais des touches)	1B13	*

Serielle Schnittstelle / Serial interface / Interface sérielle

Befehl Command Commande	Funktion / Beschreibung Function / Description Fonction / Description				Beispiel Example Exemple	Antwort Response Réponse
% _ _ _ _	Eingabe: Input: Saisie:	Rollenrückschritte (0-100) Roller back-steps (0-100) Pas arrière de galet (0-100)			1%000313	*
S	Abfrage: Inquiry: Interrogation:	Drehzahl in % der Maximaldrehzahl Speed in % of the max. rotation speed Nombre de tours en % du nombre de tours max.			1S13	53.21310
S_ _ _(_)	Eingabe: Input: Saisie:	Drehzahl in % der Maximaldrehzahl Speed in % of the max. rotation speed Nombre de tours en % du nombre de tours max.	für 60.3 % for 60.3 % pour 60.3 %	= = =	1S0060313 1S0060313 1S0060313	* * *

C) Beispiel eines Messprotokolls

MESSPROTOKOLL ZUR KENNWERTBESTIMMUNG

Untersucher: Mario Lindner

Datum: 17.06.2009 11:32:05

Dateiname: C:\Lindner\LabView\Teilprogramme im Projektordner\Protokolle\83463ME.2.txt

Einstellungen

Sensortyp: O2 Sensor
Adaptertyp: O2 Adapter
Sensornummer: 83463
Adapternummer: 2413
Hersteller: ME
Sensorkanal: 3
Nulllösung: Position 2
begaste Lösung: Position 3

Steueralgorithmus

Messzyklus 4

Messung bei 22°C in der Nulllösung an Position 2
Messung bei 22°C in der begasten Lösung an Position 3
Messung bei 37°C in der begasten Lösung an Position 3
Messung bei 37°C in der Nulllösung an Position 2

Kennwerte

Driftkoeffizient: D(Erfassung 1, Erfassung 2)= 0,78 pA/h [bei 22°C in Nulllösung]
D(Erfassung 1, Erfassung 2)= 0,01 kPa/h [bei 22°C in Nulllösung]
D(Erfassung 1, Erfassung 2)= 0,00011 mmol/l/h [bei 22°C in Nulllösung]
D(Erfassung 3, Erfassung 4)= -23,68 pA/h [bei 22°C in begaster Lösung]
D(Erfassung 3, Erfassung 4)= -0,26 kPa/h [bei 22°C in begaster Lösung]
D(Erfassung 3, Erfassung 4)= -0,00 mmol/l/h [bei 22°C in begaster Lösung]
D(Erfassung 5, Erfassung 6)= 1,51 pA/h [bei 37°C in Nulllösung]
D(Erfassung 5, Erfassung 6)= 0,01 kPa/h [bei 37°C in Nulllösung]
D(Erfassung 5, Erfassung 6)= 0,00 mmol/l/h [bei 37°C in Nulllösung]
D(Erfassung 7, Erfassung 8)= 87,50 pA/h [bei 37°C in begaster Lösung]
D(Erfassung 7, Erfassung 8)= 0,65 kPa/h [bei 37°C in begaster Lösung]
D(Erfassung 7, Erfassung 8)= 0,01 mmol/l/h [bei 37°C in begaster Lösung]

Übertragungsfaktor: B(Erfassung 2, Erfassung 3)= 92,48 pA/kPa [bei 22°C]
B(Erfassung 2, Erfassung 3)= 6813,75 pA/mmol/l [bei 22°C]
B(Erfassung 8, Erfassung 5)= 133,81 pA/kPa [bei 37°C]
B(Erfassung 8, Erfassung 5)= 12956,49 pA/mmol/l [bei 37°C]

Temperaturkoeffizient a= 2,76 pA/(K*kPa) [bei 22°C und 37°C]
(des Übertragungsfaktors)

Temperaturkoeffizient a= 409,52 pA/((mmol/l)K) [bei 22°C und 37°C]
(des Übertragungsfaktors)

Temperaturkoeffizient a= 0,1042 pA/K [bei 22°C und 37°C]
(des Nullpunktes)

Temperaturkoeffizient a= 0,00078 kPa/K [bei 22°C und 37°C]
(des Nullpunktes)

Temperaturkoeffizient a= 0,00 mol/l/K [bei 22°C und 37°C]
(des Nullpunktes)

O2-Gehalt 1 in % 17,880000
O2-Gehalt 2 in % 17,760000
Luftdruck 1 in mbar 1016,200000
Luftdruck 2 in mbar 1016,000000
Temperatur 1 in °C 21,937550
Temperatur 2 in °C 36,629960

Nullstrom 22°C: i= 7,89 pA
Nullstrom 37°C: i= 9,45 pA

Erweitertes Messprotokoll

Zeit	Soll-Temp	Ist-Temp	Strom
iin s	in °C	in °C	in pA

Messbeginn!!

23,00	22,00	22,22	490,72
25,00	22,00	22,22	390,62
27,00	22,00	22,22	314,94
29,00	22,00	22,21	253,91
31,00	22,00	22,21	209,96
33,00	22,00	22,21	170,90
35,00	22,00	22,21	144,04
37,00	22,00	22,21	117,19

....

8554,00	37,00	36,66	2,44
8556,00	37,00	36,66	2,44

Mittelwerte der einzelnen Messreihen

Erfassung 1 7.89 pA

Erfassung 2 8.28 pA

Erfassung 3 1644.95 pA

Erfassung 4 1633.11 pA

Erfassung 5 9.45 pA

Erfassung 6 10.21 pA

Erfassung 7 2231.03 pA

Erfassung 8 2274.78 pA

Allgemeine Bemerkungen

Bemerkungen zum Zyklusablauf

17.06.2009 09:05:44 Messbeginn
0 Anfahren Position 2
20 Optimierung 22°C
23 Beginn der Einschwingzeit
223 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 1
223 Beginn der Driftzeit
2024 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 2
2024 Anfahren Position 3
2057 Optimierung 22°C
2059 Beginn der Einschwingzeit
2259 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 3
2261 Beginn der Driftzeit
4061 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 4
4061 Optimierung 37°C
4520 Beginn der Einschwingzeit
4720 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 7
4721 Beginn der Driftzeit
6521 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 8
6521 Anfahren Position 2
6554 Optimierung 37°C

6556 Beginn der Einschwingzeit
6756 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 5
6758 Beginn der Driftzeit
8558 Beginn Messwerterfassung: Erfassung 6
8559 Anfahren der Ruheposition
17.06.2009 11:28:56 Messung beendet!

D) Kombinationsmöglichkeiten der Kennwertauswahl

Nr.	Drift-koeff.	Übertr.-faktor	Temp.-koeff. d. Nullpunktes	Temp.-koeff d. Ü.-faktors	Temp. In °C	Anzahl Lösungen	Bemerkung
1	-	-	-	-	-	-	nicht mögl.
2	-	-	-	-	-	-	nicht mögl.
3	-	-	-	-	-	-	nicht mögl.
4	X	-	-	-	22	1	
5	X	-	-	-	37	1	
6	X	-	-	-	22/37	1	
7	X	-	-	-	22	2	
8	X	-	-	-	37	2	
9	X	-	-	-	22/37	2	
10	-	X	-	-	22	1	nicht mögl.
11	-	X	-	-	37	1	nicht mögl.
12	-	X	-	-	22/37	1	nicht mögl.
13	-	X	-	-	22	2	
14	-	X	-	-	37	2	
15	-	X	-	-	22/37	2	
16	-	-	X	-	22	1	nicht mögl.
17	-	-	X	-	37	1	nicht mögl.
18	-	-	X	-	22/37	1	In Nulllösg.
19	-	-	X	-	22	2	nicht mögl.
20	-	-	X	-	37	2	nicht mögl.
21	-	-	X	-	22/37	2	In Nulllösg.
22	-	-	-	X	22	1	nicht mögl.
23	-	-	-	X	37	1	nicht mögl.
24	-	-	-	X	22/37	1	nicht mögl.
25	-	-	-	X	22	2	nicht mögl.

26	-	-	-	X	37	2	nicht mögl.
27	-	-	-	X	22/37	2	nicht mögl.
28	X	X	-	-	22	1	nicht mögl.
29	X	X	-	-	37	1	nicht mögl.
30	X	X	-	-	22/37	1	nicht mögl.
31	X	X	-	-	22	2	
32	X	X	-	-	37	2	
33	X	X	-	-	22/37	2	
34	X	-	X	-	22	1	nicht mögl.
35	X	-	X	-	37	1	nicht mögl.
36	X	-	X	-	22/37	1	In Nulllösg.
37	X	-	X	-	22	2	nicht mögl.
38	X	-	X	-	37	2	nicht mögl.
39	X	-	X	-	22/37	2	
40	X	-	-	X	22	1	nicht mögl.
41	X	-	-	X	37	1	nicht mögl.
42	X	-	-	X	22/37	1	nicht mögl.
43	X	-	-	X	22	2	nicht mögl.
44	X	-	-	X	37	2	nicht mögl.
45	X	-	-	X	22/37	2	
46	-	X	X	-	22	1	nicht mögl.
47	-	X	X	-	37	1	nicht mögl.
48	-	X	X	-	22/37	1	nicht mögl.
49	-	X	X	-	22	2	nicht mögl.
50	-	X	X	-	37	2	nicht mögl.
51	-	X	X	-	22/37	2	
52	-	X	-	X	22	1	nicht mögl.
53	-	X	-	X	37	1	nicht mögl.
54	-	X	-	X	22/37	1	nicht mögl.
55	-	X	-	X	22	2	nicht mögl.
56	-	X	-	X	37	2	nicht mögl.
57	-	X	-	X	22/37	2	
58	-	-	X	X	22	1	nicht mögl.
59	-	-	X	X	37	1	nicht mögl.

60	-	-	X	X	22/37	1	nicht mögl.
61	-	-	X	X	22	2	nicht mögl.
62	-	-	X	X	37	2	nicht mögl.
63	-	-	X	X	22/37	2	nicht mögl.
64	X	X	X	-	22	1	nicht mögl.
65	X	X	X	-	37	1	nicht mögl.
66	X	X	X	-	22/37	1	nicht mögl.
67	X	X	X	-	22	2	nicht mögl.
68	X	X	X	-	37	2	nicht mögl.
69	X	X	X	-	22/37	2	
70	X	X	-	X	22	1	nicht mögl.
71	X	X	-	X	37	1	nicht mögl.
72	X	X	-	X	22/37	1	nicht mögl.
73	X	X	-	X	22	2	nicht mögl.
74	X	X	-	X	37	2	nicht mögl.
75	X	X	-	X	22/37	2	
76	X	-	X	X	22	1	nicht mögl.
77	X	-	X	X	37	1	nicht mögl.
78	X	-	X	X	22/37	1	nicht mögl.
79	X	-	X	X	22	2	nicht mögl.
80	X	-	X	X	37	2	nicht mögl.
81	X	-	X	X	22/37	2	nicht mögl.
82	-	X	X	X	22	1	nicht mögl.
83	-	X	X	X	37	1	nicht mögl.
84	-	X	X	X	22/37	1	nicht mögl.
85	-	X	X	X	22	2	nicht mögl.
86	-	X	X	X	37	2	nicht mögl.
87	-	X	X	X	22/37	2	
88	X	X	X	X	22	1	nicht mögl.
89	X	X	X	X	37	1	nicht mögl.
90	X	X	X	X	22/37	1	nicht mögl.
91	X	X	X	X	22	2	nicht mögl.
92	X	X	X	X	37	2	nicht mögl.
93	X	X	X	X	22/37	2	

Literaturverzeichnis

[1] Artmann, Gerhard M., Chien Shu: Bioengineering in cell and tissue research – 1. Auflage, S. 65-66- Berlin: Springer 2008

[2] National Instruments: DAQCard™-1200 User Manual Multifunction I/O Card for the PCMCIA Bus

[3] Oehme, Friedrich: Chemische Sensoren – Funktion, Bauformen, Anwendungen, S. 76-93 – 1. Auflage – Braunschweig: Friedrich Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft mbH

[4] Baumgartl, Thomas: Diplomarbeit – Aufbau eines computergestützten Messplatzes zur Kennwertbestimmung von Sensoren für die Anwendung in der Vitalmikroskopie, – Dresden: Medizinische Fakultät der TU Dresden, 2006

[5] Ismatec: IPC Betriebsanleitung

[6] Eppendorf Instrumente GmbH: Serielle Kommunikation mit ThermoStat plus 5352 ab Softwareversion 2.01. Gerätespezifische Anlage zur allgemeinen Programmieranleitung

[7] Ahlborn, ALMEMO®: Handbuch für alle ALMEMO®- Messgeräte bis Version 6

[8] Keithley Instruments, Model 2700 – Multimeter/Data-Aquisition System – User’s Manual

[9] National Instruments, Getting started with LabVIEW

[10] Lektorat Enzyklopädie: Brockhaus – ABC Naturwissenschaft und Technik. – 13. überarb. und erw. Auflage – Leipzig: VEB F.A. Brockhaus Verlag, 1980

[11] Lindner, Mario: Praktikumsbericht – Messung des Sauerstoffgehaltes mit Sensoren – Dresden: Medizinische Fakultät der TU Dresden, 2008

[12] Rummich, Erich: Elektrische Schrittmotoren und –antriebe – 4. Auflage – Renningen: Expert Verlag, 2007

[13] Georgi Wolfgang, Metin Ergun: Einführung in LabVIEW – 1. Auflage – Leipzig: Fachbuchverlag, 2006

[14] Demtröder, Wolfgang: Experimentalphysik 2 – 2. überarb. u. erw. Aufl. – Berlin: Springer Verlag, 1999

[15] Gründler, Peter: Chemische Sensoren – Eine Einführung für Naturwissenschaftler und Ingenieure – 1. Auflage- Berlin: Springer Verlag, 2004

[16] Isermann, Rolf: Mechatronische Systeme – Grundlagen – 2. neu bearb. Aufl.- Berlin: Springer Verlag, 2007

Erklärung

Ich erkläre, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Dresden, 29.06.2009 Mario Lindner

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. med. Matthias Thümmler, der mir das Diplomthema bereitgestellt hat und mich während des Praxis- und Diplomsemesters sehr unterstützt hat.

Weiterhin möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Ralf Hinderer bedanken, da er mir bei der Erstellung der Arbeit sehr geholfen hat.

Außerdem danke ich dem gesamten Arbeitsbereich Medizinische Physik und Biomedizinische Technik, der Medizinischen Fakultät Carl Gustav Carus der TU Dresden, für jegliche Unterstützung.

Ebenso möchte ich mich bei meiner Familie und meinen Freunden bedanken, die mir immer helfend zur Seite standen.